



# Comportements sous sollicitations tribologiques d'un matériau énergétique : Recherche des conditions de contrôle de la sécurité de fabrication

Rudy Charlery

## ► To cite this version:

Rudy Charlery. Comportements sous sollicitations tribologiques d'un matériau énergétique : Recherche des conditions de contrôle de la sécurité de fabrication. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. INSA de Lyon, 2014. Français. NNT : 2014ISAL0062 . tel-01339831

**HAL Id: tel-01339831**

**<https://theses.hal.science/tel-01339831>**

Submitted on 30 Jun 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## Thèse

Présentée devant

L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

Ecole doctorale des sciences pour l'ingénieur de Lyon :  
Mécanique, Energétique, Génie Civil, Acoustique (MEGA)  
Spécialité : Mécanique

Pour obtenir  
le grade de docteur

Par

Rudy CHARLERY

# Comportements sous sollicitations tribologiques d'un matériau énergétique

Recherche des conditions de contrôle de la sécurité de fabrication

Soutenue le 2 juillet 2014 devant la commission d'examen composée de  
MM.

---

Examineur	MONTMITONNET P.	Directeur de recherche, CEMEF, Mines Paristech, Sophia Antipolis
Examineur	DELALU H.	Professeur, Laboratoire Hydrazines et Composés Energétiques, Université Lyon 1, Lyon
Examineur	DALY N.	Ingénieur, Herakles, Paris
Examineur / Directeur	BERTHIER Y.	Directeur de recherche, LaMCoS, INSA, Lyon
Examineur / Co-Directeur	RENOUF M.	Chargé de Recherche CNRS, LMGC Université Montpellier 2, Montpellier
Examineur / Co-Directeur	SAULOT A.	Maître de Conférence HDR, LaMCoS, INSA, Lyon
Rapporteur	DENAPE J.	Professeur, ENI Tarbes
Rapporteur	MISCHLER S.	Professeur, EPFL, Lausanne, Suisse
Invitée	MABIRE C.	Docteure, DGA, Paris
Invitée	STANKIEWICZ F.	Ingénieure, Herakles, Paris

Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures  
LaMCoS UMR 5259 CNRS – INSA de Lyon  
20, avenue Albert Einstein, 69621 Villeurbanne Cedex (FRANCE)

Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures  
LaMCoS UMR 5259 CNRS – INSA de Lyon  
20, avenue Albert Einstein, 69621 Villeurbanne Cedex (FRANCE)

Cette thèse est accessible à l'adresse : <http://theses.insa-lyon.fr/publication/2014ISAL0062/these.pdf>  
© [R. Charlery], [2014], INSA de Lyon, tous droits réservés

---

## RESUME

Les matériaux énergétiques sont, par définition, des matériaux susceptibles de dégager un volume important de gaz, en se décomposant via les phénomènes suivants : combustion, déflagration ou détonation. Ils sont notamment utilisés dans les secteurs industriels de l'automobile (déploiement d'airbag), du militaire (propulsion de missiles tactiques et stratégiques, munitions) et du spatial (boosters de lanceurs spatiaux type Ariane 5). La maîtrise de leur fabrication nécessite que soient vérifiées certaines contraintes spécifiques rencontrées lors de leur mise en œuvre dans un malaxeur baxis. En effet, ce procédé de malaxage en continu induit de fortes évolutions de gradients de pression et de cisaillement au sein du matériau énergétique (entrefers réduits...) qui peuvent initier les constituants fluides et solides. Par conséquent, dans un souci de parfaite maîtrise des risques industriels, les conditions tribologiques menant à l'initiation d'un matériau énergétique, ici le propergol, lors de sa fabrication, doivent être étudiées.

Malheureusement, à cause de la confidentialité industrielle liée à ce secteur d'activité, la bibliographie de la tribologie des propergols est limitée. Il apparaît toutefois que peu d'études portent effectivement sur le comportement tribologique du troisième corps, c'est à dire le propergol. Ce dernier étant hétérogène (mélange de constituants fluides et de solides), il est donc nécessaire d'appréhender les écoulements internes qui l'animent sous sollicitations tribologiques. Ainsi, pour reproduire les sollicitations mécaniques élémentaires (compression et cisaillement) appliquées par les deux premiers corps que sont les vis et le fourreau, et subies par le troisième corps lors du malaxage, il a été choisi d'utiliser une approche couplée expérimentale et numérique. Cette dernière s'organise autour de l'instrumentation d'un dispositif de sécurité permettant la sollicitation par frottement du propergol et de la modélisation par éléments discrets du triplet tribologique (parois supérieure et inférieure des premiers corps, et troisième corps).

Il est ainsi apparu un comportement tribologique caractéristique du troisième corps : des ségrégations entre les constituants mènent à un arrangement selon trois couches superposées dans l'épaisseur du troisième corps. Ces ségrégations sont issues de la mise en place de débits internes, spécifiques à chaque nature et géométrie de constituants. Ces débits sélectionnent les constituants présents dans l'aire de contact et favorisent l'existence de conditions tribologiques favorables à l'initiation du troisième corps (assèchement de l'épaisseur, localisation des efforts appliqués au troisième corps ...).

L'ensemble de ces débits permet de reconstituer un circuit tribologique d'initiation d'un propergol et ainsi d'envisager des solutions techniques permettant d'endiguer la mise en place des conditions défavorables à la fabrication en sécurité d'un propergol dans un malaxeur baxis.



---

## ABSTRACT

By definition, energetic materials can deliver a huge amount of gas and cause different kinds of phenomena, such as: burning, deflagration or detonation. These materials are mainly used in the automotive industry (airbag deployment), military devices (missiles, ammunition) and space launchers (Ariane 5 boosters and pyrotechnic devices). The manufacturing process, although well controlled by the historical “batch” process, presents several challenges when it is transferred to the continuous mixing process, using a twin-screw mixer device. Indeed, this last device induces extreme evolutions of pressure gradients and shearing gradients (reduced air-gap...). Plus, the energetic material is composed of fluid components and different diameters of solid components that can ignite by shearing. Consequently, tribological conditions leading to the ignition of an energetic material, a solid propellant, are studied during its manufacturing in a twin-screw mixer.

Unfortunately, because of the industrial confidentiality on solid propellants, the bibliography on the solid propellants tribology is limited. However it appears that too few studies have effectively dealt with the tribological behaviour of this third body. By nature, this last is a composite material; therefore it is necessary to understand internal flows that evolve from tribological stresses. Thus, a coupled approach experimental and numerical is chosen in order to reproduce the mechanical elementary stresses applied by the two first bodies (top of screw thread and bore of the barrel element), and undergone by the third body during its manufacturing in a twin-screw mixer (compression and shearing). This approach consists of the instrumentation of a security test that shears the solid propellant and a discrete element simulation of the tribological triplet (inferior and superior first bodies, and the third body).

The distinctive tribological behaviour of this third body appears obvious: different types of component segregations lead to a three superposed layer arrangement of the solid propellant thickness. These segregations come from the creation of internal component flows, specific to the nature and the geometry of the third body components. These flows select the components that remain within the contact area and also establish the tribological conditions that favour the third body ignition (gradient of mobility between solid components, draining of the third body thickness, localization of the efforts applied to the third body...).

Ultimately, this study rebuilds the ignition tribological circuit(s) of a solid propellant and offers technical solutions to prevent the materialisation of unfavourable conditions to a safe solid propellant manufacturing in a twin-screw mixer.

# TABLE DES MATIERES

<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>9</b>
<b>CHAPITRE I – CONTEXTES INDUSTRIEL ET SCIENTIFIQUE DE L'ETUDE DU COMPORTEMENT D'UN MATERIAU ENERGETIQUE LORS DE SA FABRICATION.....</b>	<b>15</b>
<b>I.1. APPLICATIONS INDUSTRIELLES DES MATERIAUX ENERGETIQUES .....</b>	<b>18</b>
I.1.1.    UTILISATION DES MATERIAUX ENERGETIQUES EN SECURITE AUTOMOBILE .....	18
I.1.2.    UTILISATION DES MATERIAUX ENERGETIQUES EN SECURITE AERONAUTIQUE .....	19
I.1.3.    UTILISATION DES MATERIAUX ENERGETIQUES EN PROPULSION MILITAIRE.....	20
I.1.4.    UTILISATION DES MATERIAUX ENERGETIQUES EN PROPULSION SPATIALE .....	21
I.1.5.    CONCLUSION .....	22
<b>I.2. LES PROPERGOLS .....</b>	<b>22</b>
I.2.1.    TYPES DE PROPERGOLS .....	22
I.2.2.    CONSTITUANTS D'UN PROPERGOL COMPOSITE .....	23
I.2.2.1. Les constituants fluides .....	24
I.2.2.2. Les constituants solides .....	26
I.2.2.2.1. Les particules oxydantes .....	26
I.2.2.2.2. Les particules oxydantes explosives .....	27
I.2.2.2.3. Les particules réductrices .....	28
I.2.3.    SYNTHESE SUR LE PROPERGOL ET SES CONSTITUANTS .....	29
<b>I.3. PROCEDE DE FABRICATION EN CONTINU DU PROPERGOL .....</b>	<b>29</b>
I.3.1.    LE FOURREAU .....	31
I.3.2.    LES VIS .....	32
I.3.2.1. La zone d'introduction .....	34
I.3.2.2. La zone de transport .....	35
I.3.2.3. La zone de remplissage .....	35
I.3.2.4. La zone de malaxage .....	32
I.3.2.5. La zone de pompage .....	38
I.3.3.    CONCLUSION .....	39

<b>I.4. MECANISMES CONNUS D'INITIATION PAR CISAILLEMENT D'UN</b>	
<b>    PROPERGOL .....</b>	<b>39</b>
1.4.1. MECANISME D'APPARITION D'UNE INITIATION LOCALISEE .....	39
1.4.2. INFLUENCE DE L'EVOLUTION DE L'EPAISSEUR DU PROPERGOL SUR SON INITIATION .....	40
1.4.3. DEFORMATION DES CONSTITUANTS SOLIDES DU PROPERGOL MENANT A UNE INITIATION LOCALISEE .....	41
<b>I.5. LA TRIBOLOGIE APPLIQUEE AU CISAILLEMENT D'UN PROPERGOL .....</b>	<b>43</b>
I.5.1. LE CONCEPT DE TROISIEME CORPS APPLIQUE AU CISAILLEMENT DU PROPERGOL.	44
I.5.2. LE CIRCUIT TRIBOLOGIQUE DU PROPERGOL DANS LE MALAXEUR BIVIS .....	45
<b>I.6. CONCLUSIONS ET DISCUSSION .....</b>	<b>47</b>
<b>I.7. DEMARCHE DE CARACTERISATION DES CONDITIONS TRIBOLOGIQUES DE     L'INITIATION GENERALISEE DU PROPERGOL .....</b>	<b>48</b>
 <b>CHAPITRE II – COMPORTEMENTS MACROSCOPIQUE ET MICROSCOPIQUES DU PROPERGOL SOUS SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES .....</b>	 <b>51</b>
 <b>II.1. APPROCHE EXPERIMENTALE DE L'EXPERTISE TRIBOLOGIQUE DE     L'INITIATION D'UN PROPERGOL .....</b>	 <b>54</b>
II.1.1. PRINCIPE DU TEST D'INDICE DE SENSIBILITE AU FROTTEMENT.....	54
II.1.2. LE DISPOSITIF JULIUS PETERS .....	55
II.1.3. LES PREMIERS CORPS UTILISES POUR LE TEST ISF .....	57
II.1.3.1. Premiers corps inférieurs .....	57
II.1.3.2. Premiers corps supérieurs .....	59
II.1.3.3. Instrumentation du dispositif Julius Peters .....	60
II.1.3.3.1. Disque contacteur .....	61
II.1.3.3.2. Capteur de force biaxial .....	61
II.1.3.3.3. Camera infrarouge à haute vitesse d'acquisition .....	62
II.1.3.3.4. Camera visible à haute vitesse d'acquisition .....	63
II.1.3.3.5. Miroir dichroïque .....	63
II.1.3.3.6. Premiers corps modèles .....	66
II.1.3.4. Triplets de matériaux utilisés sur le dispositif TriboME .....	67
II.1.4. ETUDE THERMOMECHANIQUE DE L'INITIATION DU PROPERGOL SOUS SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES DE PREMIERS CORPS POREUX ET RUGUEUX ....	71
II.1.5. ETUDE THERMOMECHANIQUE DE L'INITIATION DU PROPERGOL SOUS SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES DE PREMIERS CORPS NON POREUX, RUGUEUX ET PEU RUGUEUX .....	76

II.1.6.	OBSERVATION DE LA SURFACE DE CONTACT LORS DE L'INITIATION DU PROPERGOL SOUS CONDITIONS TRIBOLOGIQUES .....	78
II.1.7.	ROLE EFFECTIF DU FACTEUR DE FROTTEMENT MACROSCOPIQUE DANS LE SCENARIO D'INITIATION DU PROPERGOL .....	81
II.1.8.	INFLUENCE DES PHENOMENES THERMIQUES LOCAUX DANS LE SCENARIO D'INITIATION DU PROPERGOL .....	82
II.1.9.	MISE EN EVIDENCE DES DEBITS INTERNES DES CONSTITUANTS DU PROPERGOL PENDANT LES SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES MENANT A SON INITIATION .....	85

## **II.2. APPROCHE NUMERIQUE DE L'EXPERTISE TRIBOLOGIQUE DE**

### **L'INITIATION D'UN PROPERGOL ..... 87**

II.2.1.	CHOIX DE LA METHODE PERMETTANT D'APPREHENDER LOCALEMENT LES SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES MENANT UN PROPERGOL A SON INITIATION ? ..	87
II.2.2.	CONSTRUCTION DU MODELE NUMERIQUE .....	91
II.2.3.	COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE DU PROPERGOL SOUS SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES .....	93
II.2.3.1.	COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION INITIALE .....	94
II.2.3.2.	COMPORTEMENT DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION ET CISAILLEMENT AVEC DES VALEURS MOYENNES DE COEFFICIENTS DE FROTTEMENT LOCAUX ET DE COHESION INTER-PARTICULAIRE .....	95
II.2.3.3.	COMPORTEMENT DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION ET CISAILLEMENT AVEC UNE VALEUR MOYENNE DE COEFFICIENTS DE FROTTEMENT LOCAUX ET UNE FORTE COHESION INTER-PARTICULAIRE .....	99
II.2.3.4.	COMPORTEMENT DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION ET CISAILLEMENT AVEC UNE VALEUR MOYENNE DE COEFFICIENTS DE FROTTEMENT LOCAUX ET UNE FAIBLE COHESION INTER-PARTICULAIRE .....	100
II.2.3.5.	COMPORTEMENT DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION ET CISAILLEMENT AVEC UNE VALEUR FORTE DE COEFFICIENTS DE FROTTEMENT LOCAUX ET UNE VALEUR MOYENNE DE COHESION INTER-PARTICULAIRE .....	102
II.2.3.6.	COMPORTEMENT DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION ET CISAILLEMENT AVEC UNE VALEUR FAIBLE DE COEFFICIENTS DE FROTTEMENT LOCAUX ET UNE VALEUR MOYENNE DE COHESION INTER-PARTICULAIRE .....	104

## **II.3. DISCUSSIONS SUR L'APPROCHE NUMERIQUE PAR ELEMENTS DISCRETS MENANT A L'INITIATION GENERALISEE DU PROPERGOL ..... 106**

<b>CHAPITRE III – VALIDATION ET SYNTHESE TRIBOLOGIQUE DU COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE DU PROPERGOL SOUS SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES ....</b>	<b>107</b>
<b>III.1. PREPARATION POUR OBSERVATION EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE DES ECHANTILLONS DE PROPERGOL .....</b>	<b>111</b>
<b>III.2. OBSERVATION DE LA SECTION 1 DE L’AIRE DE CONTACT DU PROPERGOL, APRES SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .....</b>	<b>111</b>
<b>III.3. OBSERVATION DES SECTIONS 2 ET 4 DE L’AIRE DE CONTACT DU PROPERGOL, APRES SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .....</b>	<b>113</b>
<b>III.4. SYNTHESE SUR LES DEBITS INTERNES DES CONSTITUANTS DU PROPERGOL DANS LES SECTIONS 2 ET 4 DE L’AIRE DE CONTACT, SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .....</b>	<b>120</b>
<b>III.5. OBSERVATION DE LA SECTION 3 DE L’AIRE DE CONTACT DU PROPERGOL, APRES SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .....</b>	<b>121</b>
<b>III.6. IDENTIFICATION DES DEBITS DE CONSTITUANTS ENTRANT EN JEU DANS L’INITIATION LOCALISEE DU PROPERGOL SOUS SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .....</b>	<b>123</b>
<b>III.7. CONCLUSIONS .....</b>	<b>126</b>
 <b>CHAPITRE IV – APPLICABILITE INDUSTRIELLE ET PERSPECTIVES SCIENTIFIQUES DU CIRCUIT TRIBOLOGIQUE D’INITIATION DU PROPERGOL .....</b>	<b>131</b>
<b>IV.1. EXTRAPOLATION DU CIRCUIT TRIBOLOGIQUE D’INITIATION DU PROPERGOL DES DISPOSITIFS MODELES A UN DISPOSITIF INDUSTRIEL .....</b>	<b>133</b>
<b>IV.2. AMELIORATION DE LA SECURITE D’UTILISATION DU PROCEDE DE MALAXAGE BIVIS .....</b>	<b>137</b>
<b>IV.3. PERSPECTIVES SCIENTIFIQUES DE L’ETUDE TRIBOLOGIQUE DE L’INITIATION DU PROPERGOL .....</b>	<b>140</b>
 <b>REFERENCES .....</b>	<b>143</b>
 <b>LISTES DES FIGURES .....</b>	<b>155</b>
 <b>LISTE DES TABLEAUX .....</b>	<b>161</b>

---

<b>ANNEXES .....</b>	<b>163</b>
 ANNEXE 1 : Norme française NF T 70-503 .....	 165
ANNEXE 2 : Fiche technique du matériau porcelaine .....	183
ANNEXE 3 : Fiche technique du capteur de force biaxial .....	187
ANNEXE 4 : Fiche technique du miroir dichroïque .....	193
ANNEXE 5 : Fiche technique du pion en saphir .....	197



# **INTRODUCTION**



## Introduction

Un matériau énergétique possède la propriété de produire une forte quantité de gaz en quelques millisecondes, appelée initiation. Celle-ci est utilisée dans différents domaines industriels que nous expliciterons ci-après (cf. I.1) mais n'est pas désirée lors de sa fabrication. L'industrialisation d'un tel matériau nécessite le mélange en continu de constituants de nature fluide et solide, dans un dispositif appelé malaxeur baxis. Ce dernier génère des frottements aux interfaces constituants - parois du malaxeur et entre les constituants eux-mêmes. C'est pour améliorer la sécurité d'utilisation d'un tel dispositif que le comportement du matériau énergétique doit être appréhendé.

De par les importants enjeux technologiques et économiques que représente la fabrication en continu de nouvelles formulations de matériaux énergétiques [5], très peu de littérature est disponible dans le domaine public. Les documents qui subsistent en libre accès ne possèdent eux que peu d'informations sur des mesures « fiables » de sécurité d'utilisation du malaxeur baxis pour la fabrication des matériaux énergétiques. Les industriels de cette activité, tels Herakles du groupe Safran, utilisent leur retour d'expérience et savoir-faire technique pour en fabriquer de forts tonnages. Seulement les conditions de sollicitations mécaniques employées ne sont pas forcément les plus efficaces ou les plus sécuritaires, car des initiations de matériaux énergétiques au cours de sa fabrication en malaxeur baxis ont été observées [6,7]. C'est donc pour cela que l'approche utilisée dans cette étude se propose d'établir un faisceau de présomptions tant expérimentales que numériques des causes menant à l'initiation du matériau énergétique par frottement dans le malaxeur baxis.

La simulation expérimentale des sollicitations conduisant à l'initiation d'un matériau énergétique permet l'observation de son comportement macroscopique en frottement. L'analyse microscopique de ce comportement s'appuie sur le couplage de cette simulation expérimentale [1] avec une simulation numérique [2-4] des sollicitations appliquées à un matériau énergétique modèle. Ainsi, les interactions entre constituants intervenant au sein même du matériau énergétique peuvent être évaluées qualitativement. Cette approche couplée met en évidence des phénomènes d'écoulements du matériau énergétique et des scénarios d'initiation du matériau énergétique sont alors envisagés.

Le dispositif industriel de fabrication de matériau énergétique est constitué d'un fourreau dans lequel sont enchâssées, deux vis corotatives.

La rotation de ces dernières est assurée par un bloc moteur, d'arbres et facilité par un jeu entre les vis et le fourreau, appelé entrefer. Entre les vis et dans l'entrefer, le matériau énergétique s'écoule et est mélangé à travers différentes zones du malaxeur bivis qui ont chacune une fonction particulière (transport, remplissage, malaxage et « dégazage »). Seule la zone de malaxage, présentant des contacts directs entre les vis et le fourreau, se révèle être une zone incidentogène pour le matériau énergétique, car les sollicitations qui y règnent sont particulières [8,9]. Ce type de sollicitations du matériau énergétique (pression et cisaillement) est cependant répertorié comme un moyen d'initier le matériau énergétique [1]. Il est donc important de comprendre ce qui lui confère sa rhéologie lorsqu'il est cisailé, quelles conditions de cisaillement peuvent amorcer l'initiation, et enfin, s'il est possible de trouver ces conditions de sollicitation dans un malaxeur bivis. Malheureusement, la bibliographie de la tribologie des matériaux énergétiques est également limitée à cause de la confidentialité industrielle du secteur d'activité des matériaux énergétiques et du peu de personnes travaillant sur ce sujet.

La dynamique locale du propergol est matérialisée par des débits internes de constituants favorisant les interactions entre constituants et un arrangement volumique du propergol sous sollicitations tribologiques. Le propergol étant composé de plusieurs diamètres de particules solides plus ou moins sensibles au cisaillement, ces débits internes vont sélectionner des contacts entre les particules et générer des initiations localisées [10,11]. A partir de ces débits, est établie la circulation locale de matière menant à l'initiation du propergol. Cette circulation est appelée circuit tribologique d'initiation du propergol.

Pour aboutir à la compréhension des mécanismes d'initiation du propergol tant sur des dispositifs modèles qu'industriels, le manuscrit sera constitué des quatre chapitres suivants :

- le chapitre I : La bibliographie sur l'initiation des propergols par sollicitation thermique est conséquente, en revanche celle-ci est plus limitée pour des sollicitations tribologiques. Or, au cours de sa fabrication dans un malaxeur bivis, des zones de contact entre le fourreau et les vis augmentent le cisaillement du propergol, générant potentiellement son initiation. Une approche générale de ces zones de contacts ne suffisant pas à appréhender un phénomène d'initiation du propergol dans un malaxeur bivis, avec les appareils de mesure classiques (capteurs de pression, mesure de couple

du moteur, etc...), l'approche utilisée ici, est donc formalisée avec le concept du troisième corps et des circuits tribologiques solides et fluides qui en découlent (circulation de composés solides et fluides, interne ou externe aux premiers et troisième corps). Ce premier chapitre permettra donc de présenter les conditions tribologiques de fabrication du propergol, les différentes sollicitations connues menant à l'initiation du propergol et d'introduire le concept de troisième corps appliqué au cisaillement du propergol permettant par la suite d'établir le circuit tribologique d'initiation du propergol.

- le chapitre II : Ce chapitre montrera tout d'abord la difficulté de modéliser, tant expérimentalement que numériquement, de manière reproductible, les conditions de contact représentatives du malaxeur bivis. De nombreuses études formalisent ces conditions de contact à l'échelle globale [5], or il y a un manque concernant l'étude de celles-ci à l'échelle locale. Pour palier ce manque, il a été mis en place une démarche couplée expérimentale et numérique à l'échelle locale des sollicitations tribologiques menant à l'initiation du propergol.

L'approche expérimentale permettra l'observation :

- d'initiations généralisées et localisées du propergol ;
- d'une ségrégation fluide/solide induisant l'éjection d'une grande proportion volumique de constituants fluides en dehors de l'aire de contact.

L'approche numérique permettra, quant à elle, de mettre en évidence :

- la transmission des efforts dans le volume de propergol principalement par les constituants solides de grands diamètres ;
- l'existence de débits de constituants solides permettant la mise en place de la ségrégation entre ces constituants, avec la création de trois couches superposées dans l'épaisseur de propergol ;
- l'influence de la variation de l'adhésion inter-particulaire sur ces débits internes de constituants solides. En effet, celle-ci a tendance à diminuer le cisaillement inter-particulaire lorsqu'elle augmente, et à augmenter ce cisaillement inter-particulaire, lorsqu'elle diminue. Cette augmentation de cisaillement particulaire favorise la création de porosités fermées dans le volume du propergol, plus particulièrement dans la couche médiane, composée majoritairement de constituants sensibles de plus grands diamètres.

- le chapitre III : l'approche couplée expérimentale et numérique des sollicitations tribologiques menant à l'initiation du propergol est validée par l'étude de l'arrangement volumique de ses constituants après sollicitations tribologiques, sur le dispositif modèle expérimental. La vie du contact peut alors être reconstituée à partir de l'observation des différents débits de constituants du 3<sup>ème</sup> corps en établissant le circuit tribologique d'initiation du propergol.
  
- le chapitre IV : Cette investigation tribologique est alors extrapolée au malaxeur bivis à l'intérieur duquel l'instrumentation des différentes zones de contact est bien plus complexe que pour les dispositifs modèles précédents. Il est alors possible de mettre en exergue :
  - les caractéristiques tribologiques du propergol lorsqu'il est cisailé entre deux parois internes du malaxeur bivis,
  - des hypothèses tribologiques de prévention d'initiation du propergol dans le malaxeur bivis.

Cette étude permet donc d'appréhender l'initiation tribologique du propergol dans un dispositif industriel et d'éviter la mise en place des mécanismes régissant cette initiation, ce qui *in fine*, participe à l'amélioration de la sécurité d'utilisation du malaxeur bivis pour une fabrication en continu du propergol.



**CHAPITRE I :**  
**CONTEXTES INDUSTRIEL ET SCIENTIFIQUE**  
**DE L'ETUDE DU COMPORTEMENT**  
**D'UN MATERIAU ENERGETIQUE**  
**LORS DE SA FABRICATION**

## **CHAPITRE I – CONTEXTES INDUSTRIEL ET SCIENTIFIQUE DE L'ETUDE DU COMPORTEMENT D'UN MATERIAU ENERGETIQUE LORS DE SA FABRICATION..... 15**

### **I.1. APPLICATIONS INDUSTRIELLES DES MATERIAUX ENERGETIQUES ..... 18**

I.1.1.	UTILISATION DES MATERIAUX ENERGETIQUES EN SECURITE AUTOMOBILE .....	18
I.1.2.	UTILISATION DES MATERIAUX ENERGETIQUES EN SECURITE AERONAUTIQUE .....	19
I.1.3.	UTILISATION DES MATERIAUX ENERGETIQUES EN PROPULSION MILITAIRE.....	20
I.1.4.	UTILISATION DES MATERIAUX ENERGETIQUES EN PROPULSION SPATIALE .....	21
I.1.5.	CONCLUSION .....	22

### **I.2. LES PROPERGOLS ..... 22**

I.2.1.	TYPES DE PROPERGOLS .....	22
I.2.2.	CONSTITUANTS D'UN PROPERGOL COMPOSITE .....	23
	I.2.2.1. Les constituants fluides .....	24
	I.2.2.2. Les constituants solides .....	26
	I.2.2.2.1. Les particules oxydantes .....	26
	I.2.2.2.2. Les particules oxydantes explosives .....	27
	I.2.2.2.3. Les particules réductrices .....	28
I.2.3.	SYNTHESE SUR LE PROPERGOL ET SES CONSTITUANTS .....	29

### **I.3. PROCEDE DE FABRICATION EN CONTINU DU PROPERGOL ..... 29**

I.3.1.	LE FOURREAU .....	31
I.3.2.	LES VIS .....	32
	I.3.2.1. La zone d'introduction .....	34
	I.3.2.2. La zone de transport .....	35
	I.3.2.3. La zone de remplissage .....	35
	I.3.2.4. La zone de malaxage .....	36
	I.3.2.5. La zone de pompage .....	38
I.3.3.	CONCLUSION .....	39

### **I.4. MECANISMES CONNUS D'INITIATION PAR CISAILLEMENT D'UN PROPERGOL ..... 39**

I.4.1.	MECANISME D'APPARITION D'UNE INITIATION LOCALISEE .....	39
I.4.2.	INFLUENCE DE L'EVOLUTION DE L'EPAISSEUR DU PROPERGOL SUR SON INITIATION .....	40
I.4.3.	DEFORMATION DES CONSTITUANTS SOLIDES DU PROPERGOL MENANT A UNE INITIATION LOCALISEE .....	41

### **I.5. LA TRIBOLOGIE APPLIQUEE AU CISAILLEMENT D'UN PROPERGOL ..... 43**

I.5.1.	LE CONCEPT DE TROISIEME CORPS APPLIQUE AU CISAILLEMENT DU PROPERGOL.	44
I.5.2.	LE CIRCUIT TRIBOLOGIQUE DU PROPERGOL DANS LE MALAXEUR BIVIS .....	45

### **I.6. CONCLUSIONS ET DISCUSSION ..... 47**

**I.7. DEMARCHE DE CARACTERISATION DES CONDITIONS TRIBOLOGIQUES DE  
L'INITIATION GENERALISEE DU PROPERGOL ..... 48**



## **Chapitre I : Contextes industriel et scientifique de l'étude du comportement d'un matériau énergétique lors de sa fabrication**

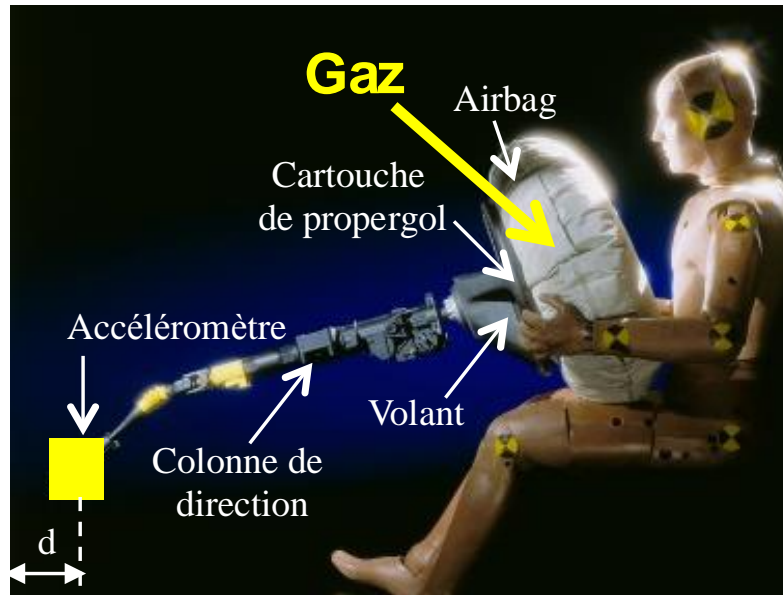
### **I.1. Applications industrielles des matériaux énergétiques**

Les matériaux énergétiques sont des combustibles capables de dégager un important volume de gaz en un minimum de temps [12]. Cette propriété particulière est utile dans des domaines tels que la sécurité automobile (déploiement d'airbag), la sécurité aéronautique (déploiement des toboggans d'évacuation des passagers) et les propulsions militaires (munitions) et spatiales (systèmes pyrotechniques). La durée d'utilisation de ces matériaux varie de quelques millisecondes, pour le gonflage d'airbags en sécurité automobile, à quelques minutes, pour les propulsions d'engins militaire (missiles) et spatial (lanceurs de type Ariane 5) [13].

Une catégorie de ces matériaux énergétiques, les propergols, sont des combustibles denses, stables aux températures d'utilisation, qui après initiation pyrotechnique, conduisent à une libération contrôlée d'énergie sous forme de gaz à haute température [12,14,15]. Cette initiation résulte de stimuli externes qui peuvent être de plusieurs natures comme une pression de contact, une élévation de température, un choc de projectile ou un cisaillement entre deux parois [16,17].

#### I.1.1. Utilisation des matériaux énergétiques en sécurité automobile

Pour la sécurité automobile, l'objet gonflable est le coussin de sécurité, communément appelé airbag, placé en divers endroits de l'habitacle (par exemple : dans le volant directionnel, le tableau de bord, etc...). Ce coussin gonflable est une enveloppe élastique dans laquelle est injectée très rapidement un volume de gaz provenant du matériau énergétique pour permettre le gonflage et l'amortissement d'un choc [18], (cf. Fig.I. 1).



d : fort déplacement détecté par les lamelles de l'accéléromètre

Figure I. 1 : schéma de fonctionnement d'un airbag

Le déploiement de l'airbag est déclenché par des accéléromètres placés en différents endroits du véhicule, mesurant l'écart entre deux jeux de lamelles fixes et mobiles (par exemple sur les pare-chocs avant et arrière, les baguettes latérales, etc...). Ces accéléromètres détectent l'important changement de vitesse du véhicule qui est apparenté à un choc, selon les paramètres électroniques de mise au point. C'est alors qu'un signal électrique est envoyé au propergol, logé dans une cartouche (cf. Fig.I. 1), et un phénomène pyrotechnique apparaît. Ce phénomène pyrotechnique, appelé initiation du propergol, est destiné à gonfler l'airbag par dégagement gazeux. Le temps de fonctionnement du propergol, pour ce type d'application, est de l'ordre de 30 à 150 ms [19].

### I.1.2. Utilisation des matériaux énergétiques en sécurité aéronautique

En sécurité aéronautique, la propriété de dégagement rapide de gaz du propergol est également utilisée. En effet, une cartouche de propergol permet le déploiement des toboggans d'évacuation d'urgence d'un avion (cf. Fig.I. 2). L'allocation du commandant de bord, à l'attention des hôtesses et stewarts situés en cabine, avant chaque décollage de l'avion prend alors tout son sens : « PNC (Personnel Naviguant Commercial), armement des toboggans ».

Il s'agit donc de la préparation des dispositifs d'initiation des cartouches de propergol pour le déploiement des toboggans, placés au niveau de chaque issue d'évacuation de l'avion.



Figure I. 2 : toboggan d'évacuation d'urgence

### I.1.3. Utilisation des matériaux énergétiques en propulsion militaire

La propulsion militaire se décompose en deux catégories : la propulsion de missiles tactiques d'une part, et la propulsion de missiles stratégiques d'autre part. Un missile est un projectile autopropulsé et guidé [12,20] (cf. Fig.I. 3), d'une portée de quelques centaines de kilomètres, nécessitant la combustion d'une centaine de kilogrammes de propergol.

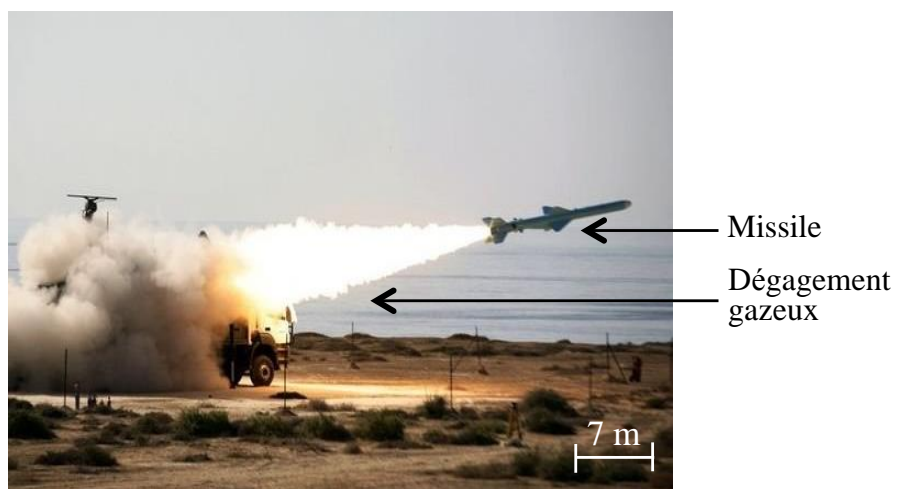


Figure I. 3 : lancement d'un missile sol-air

Les missiles stratégiques ont eux une portée plus importante, de plusieurs milliers de kilomètres, nécessitant la combustion de quelques dizaines de tonnes de propergol. Ce dernier est déposé à l'intérieur de l'enveloppe du missile et se décompose en gaz inflammables par stimulus de l'allumeur situé en amont (cf. Fig.I. 4). La combustion se propage à l'intérieur du missile, dans la chambre de combustion (cf. Fig.I. 4) et les gaz sont expulsés par la tuyère. La durée de combustion de ce type de propulseur dépend directement de la portée recherchée. Elle est donc de quelques minutes au maximum, puisque dans ce cas là, la vitesse de combustion est très élevée.

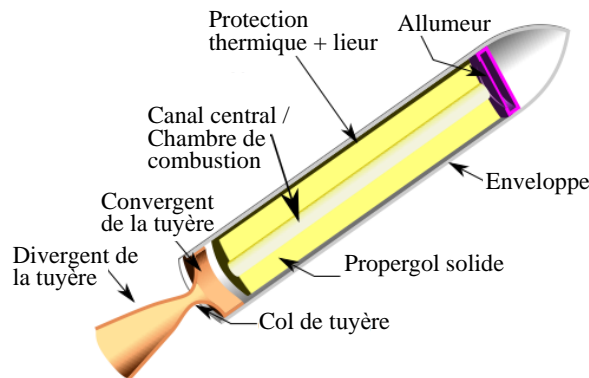


Figure I. 4 : schéma d'un missile tactique

#### I.1.4. Utilisation des matériaux énergétiques en propulsion spatiale

Enfin, pour la propulsion spatiale de lanceurs de type Ariane 5, le propergol est utilisé en très grande quantité : de 10 à 200 tonnes (cf. Fig.I. 5). Le propergol est placé à l'intérieur de boosters fonctionnant comme les missiles précédemment décrits. Ainsi, la combustion du propergol est générée par un allumeur situé en amont et les gaz de combustion sont éjectés par la tuyère, située en aval. La durée de combustion est longue (environ 135 s pour les boosters d'Ariane 5) puisque les distances visées sont a minima égales à l'orbite terrestre la plus basse (environ 2000 km). C'est l'altitude minimale permettant la satellisation d'un objet.



Figure I. 5 : schéma d'un lanceur spatial, Ariane 5

### I.1.5. Conclusion

Ainsi, à travers ces applications industrielles, la principale propriété du propergol a été décrite, à savoir sa capacité à libérer une grande quantité d'énergie sous forme de gaz, dans un délai très court. Intéressons nous maintenant à la composition des propergols, puis à leur procédé de fabrication pouvant potentiellement déclencher leur initiation.

## **I.2. Les propergols**

### I.2.1. Types de propergols

Les propergols sont des générateurs de gaz permettant la propulsion d'un engin, grâce à la réaction d'un couple oxydant/réducteur dégageant suffisamment d'énergie pour la combustion. Il existe deux familles de propergols, différenciables par la nature de la combinaison existant entre les fonctions oxydantes et réductrices, portées par les constituants du propergol [21]. La fonction oxydante permet la libération d'oxygène (nécessaire à la combustion du propergol) et d'électrons. Ces derniers sont récupérés par la fonction

réductrice du propergol. C'est donc par ces échanges d'électrons que la combustion du propergol est entretenue, même en l'absence de l'oxygène du milieu ambiant. Cela est utile par exemple pour le fonctionnement d'un missile stratégique, ayant pour sommet de trajectoire, une altitude maximale appartenant à la haute atmosphère (par exemple, la stratosphère située entre 10 et 50 km d'altitude) qui est un milieu très pauvre en oxygène diatomique ( $O_2$ ).

Ainsi, les deux familles de propergols sont :

- les propergols homogènes pour lesquels les fonctions oxydantes et réductrices sont rassemblées sur la même molécule (nitrocellulose- nitroglycérine) ;
- les propergols composites pour lesquels les fonctions oxydantes et réductrices sont portées par des molécules distinctes.

Le propergol choisi pour cette étude est un propergol composite dont la formulation est confidentielle. Par conséquent, nous utiliserons des notations et des proportions relatives pour décrire les constituants introduits dans la formulation industrielle.

### I.2.2. Constituants d'un propergol composite

Pour simplifier la lecture le propergol composite utilisé dans cette étude est plus simplement appelé propergol. Il est composé de deux types de constituants [21] :

- fluides, de plus faibles viscosités et regroupés sous l'appellation de liant ;
- solides, de plus fortes viscosités puisque ce sont des particules solides.

Le propergol est donc un corps hétérogène (cf. Fig.I. 6).

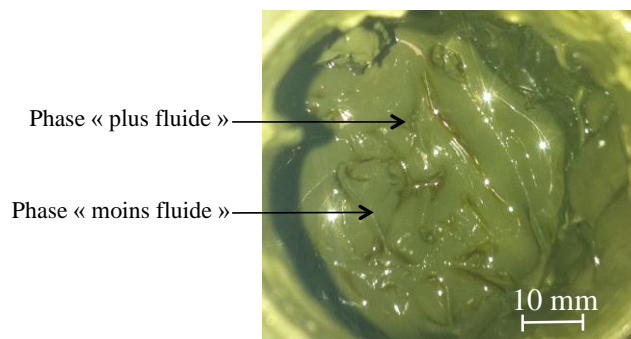


Figure I. 6 : propergol hétérogène, prélevé en cours de fabrication,  
dans un malaxeur bivis

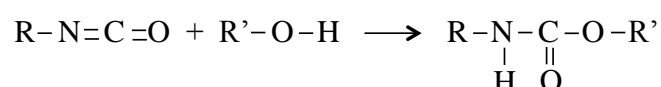
### I.2.2.1. Les constituants fluides

Cette appellation regroupe tous les constituants composant le liant [21].

Ce dernier améliorant la cohésion entre tous les constituants du propergol et de fait, apporte les propriétés mécaniques requises pour le propergol. D'un point de vue physique, le liant doit être liquide et peu volatil, pour permettre le bon mélange des constituants solides (cf. I.2.2.2.).

D'un point de vue chimique, le liant permet la formation d'un réseau polymérique tridimensionnel qui donne la tenue mécanique au propergol. Le liant est donc issu de la combinaison :

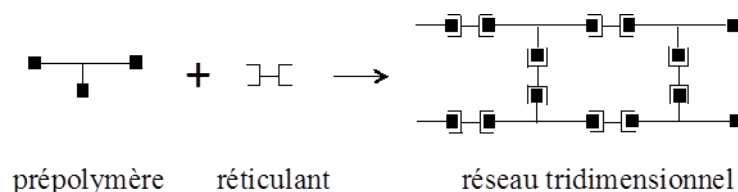
- d'une réaction chimique, appelée réaction de polyaddition, qui met en jeu par exemple une fonction isocyanate ( $\text{-N=C=O}$ ) appartenant à la molécule R, et une fonction alcool ( $\text{-OH}$ ) appartenant à une molécule R' :



Dans cette réaction, la molécule R est assimilée à un réticulant et la molécule R' à un prépolymère.

- de l'utilisation d'un composé réticulant di ou trifonctionnel et d'un composé polymérique, appelé prépolymère di ou trifonctionnel. La terminologie « di ou trifonctionnel » signifie la capacité d'une molécule à posséder 2 ou 3 fonctions réactives (par exemple, les fonctions isocyanate, alcool, acide, etc...) [12].

Par conséquent, avec un prépolymère trifonctionnel ( $\text{■}-\text{■}-\text{■}$ ) et un réticulant di-fonctionnel ( $\text{┐┌}$ ), la réaction de polyaddition [22,23] des deux fonctions isocyanates, présentes sur la même molécule de réticulant, et des deux fonctions alcool de deux chaînes de prépolymère différentes, donne le réseau suivant :



Le prépolymère est le composé introduit en plus grande proportion parmi les constituants fluides [12]. C'est ce constituant qui confère au liant ses propriétés mécaniques, liées à la nature de la chaîne polymérique ou aux fonctions situées en bout de chaîne.

Le prépolymère contribue à l'apport en oxygène contenu dans le propergol. En effet, plus ce taux d'oxygène est élevé, plus le taux en constituants solides oxydants est faible.

Le prépolymère possède une enthalpie de formation  $\Delta H_f^0$  élevée pour augmenter les propriétés énergétiques du propergol ( $I_{sp}$ ).

La masse molaire moyenne  $M_p$  du prépolymère doit être contrôlée. En effet, celle-ci a une influence sur la viscosité du liant par l'intermédiaire du nombre de monomères constituant la chaîne de prépolymère. Plus le nombre de monomères est élevé, plus  $M_p$  est élevé et par voie de conséquence, plus le polymère est visqueux. Or, il est nécessaire de diminuer cette viscosité pour faciliter la mise en oeuvre du propergol et ainsi diminuer les efforts subis par le propergol à l'intérieur d'un malaxeur baxis. Ce prépolymère a donc une influence non négligeable sur le comportement global du propergol dans un malaxeur baxis.

D'autres constituants fluides sont introduits en plus petites proportions volumiques.

Parmi ceux-ci, on note les agents réticulant, le plastifiant et d'autres additifs.

L'agent réticulant permet d'améliorer la cohésion des molécules de prépolymère en formant un réseau tridimensionnel par voie chimique (réaction de polyaddition entre le réticulant et le prépolymère). Des liaisons entre les chaînes macromoléculaires sont créées [12].

L'agent plastifiant, associé à des esters nitriques, permet de réduire la viscosité du liant, en abaissant la température de transition vitreuse  $T_v$ . Ceci facilite la mise en forme du propergol dans un malaxeur baxis [12] ainsi que les propriétés mécaniques du propergol à basse température.

D'autres additifs sont ajoutés en très petites proportions volumiques. En premier lieu, les agents antioxydants sont introduits pour améliorer la tenue au vieillissement du propergol. Des catalyseurs de réticulation sont ajoutés pour accélérer la vitesse de réticulation du propergol, en fin de procédé de fabrication. Quelques accélérateurs de combustion permettent de mieux contrôler certaines propriétés du propergol, en ajustant notamment sa vitesse de combustion. Enfin, des agents d'adhésion liant-charges améliorent la cohésion entre le liant et les constituants solides.



### I.2.2.2. Les constituants solides

D'un point de vue physico-chimique, le liant du propergol doit être capable d'accepter une haute proportion massique de constituants solides (> 80 %), car ceux-ci apportent l'essentiel des performances énergétiques au propergol. En propulsion, ces performances concernent principalement l'évaluation de l'impulsion spécifique, notée  $I_{sp}$ , représentant le temps pendant lequel 1 kg de propergol peut fournir une poussée équivalente au poids d'une masse d'un kilogramme sur Terre :

$$I_{sp} = \frac{F}{q g_0},$$

avec  $F$  la poussée (unité : Newton, N),  $q$  le débit massique d'éjection des gaz (unité : kilogramme par seconde, kg/s) et  $g_0$  l'accélération de la pesanteur (unité : mètre par seconde au carré, m/s<sup>2</sup>).

Sous la dénomination de constituants solides, sont regroupés les particules oxydantes ( $A_{\emptyset+}$ ), oxydantes explosives ( $B_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset-}$ ) et réductrices ( $C_{\emptyset-}$ ). La notation  $\emptyset+$  caractérise la particule introduite avec un grand diamètre, tandis que la notation  $\emptyset-$  caractérise la particule introduite avec un petit diamètre. Ces particules solides sont de nature pulvérulente. Elles sont différenciables par leur élément chimique spécifique, leur forme et leur diamètre.

#### I.2.2.2.1. Les particules oxydantes non explosives

La fonction oxydante de ces particules apporte par décomposition, l'oxygène nécessaire à la combustion du propergol. En effet, cette décomposition provoque une importante réaction exothermique avec le liant et les constituants solides portant la fonction réductrice, et génère des gaz à forte proportion en oxygène.

Cet oxydant doit donc être stable thermiquement, pour ne pas provoquer d'initiation incontrôlée du propergol.

Pour cette étude, les particules oxydantes considérées sont notées  $A_{\emptyset+}$ , car elles possèdent le plus grand diamètre dans la formulation initiale du propergol (cf. Fig.I. 7).

Pour simplifier la lecture les particules oxydantes non explosives utilisées dans cette étude sont plus simplement appelées particules oxydantes.

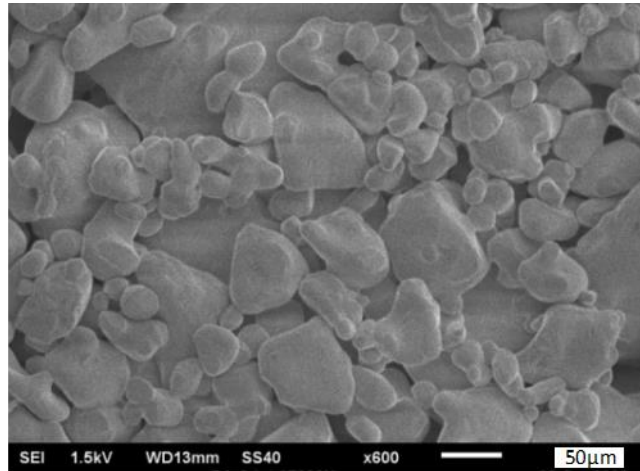


Figure I. 7 : particules oxydantes  $A_{\emptyset+}$  observées par microscopie électronique à balayage

#### I.2.2.2.2. Les particules réductrices explosives

Ces particules sont notées  $B_{\emptyset}$  et  $B_{\emptyset+}$ , car elles sont introduites dans la formulation initiale du propergol avec deux diamètres différents (cf. Fig.I. 8) : un diamètre se rapprochant de celui des particules oxydantes,  $A_{\emptyset+}$ , et un diamètre se rapprochant de celui des particules réductrices non explosives,  $C_{\emptyset}$  (cf. I.2.2.2.3.). Ce constituant explosif a la propriété de pouvoir s'initier par frottement lors des différents tests de sécurité [24] (cf. Chapitre II.1). Il est donc le constituant le plus sensible à l'initiation de la formulation utilisée. Pour éviter toute confusion avec le constituant réducteur non explosif décrit ci-après, ces particules sont plus simplement appelées particules explosives.

De plus, ce type de particules explosives possède plusieurs phases cristallines métastables, différenciables par la structure particulière de leur système réticulaire (par exemple : monoclinique, orthorhombique, hexagonal...) [25]. Ces phases cristallines présentant une stabilité thermique différente, elles sont également de sensibilité différente à l'initiation [26-28].

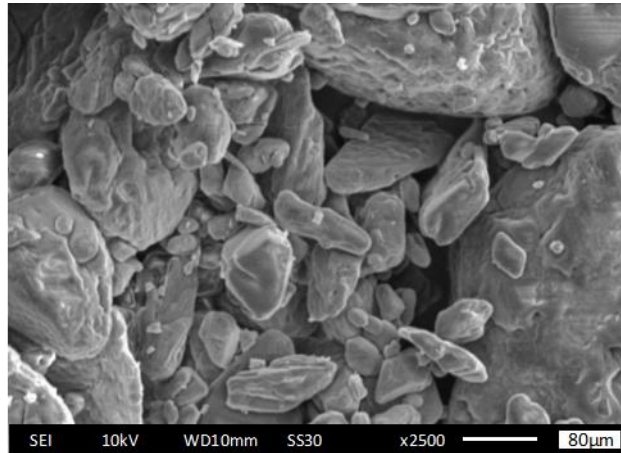


Figure I. 8 : particules explosives  $B_{\phi+}$  et  $B_{\phi-}$  observées par microscopie électronique à balayage

#### I.2.2.2.3. Les particules réductrices non explosives

Les particules réductrices non explosives sont introduites sous forme de particules pulvérulentes quasi-sphériques. Ces particules favorisent un important dégagement d'énergie lors de leur combustion, ce qui va dans le sens recherché de maximisation des propriétés énergétiques du propergol [12]. Les particules réductrices non explosives sont notées  $C_{\phi-}$ , car elles possèdent le plus faible diamètre dans la formulation initiale du propergol (cf. Fig.I. 9). Le choix du diamètre des particules réductrices influe sur diverses caractéristiques du propergol telles que la facilité de mise en oeuvre et les propriétés mécaniques.

Pour simplifier la lecture, les particules réductrices non explosives utilisées dans cette étude sont plus simplement appelées particules réductrices.

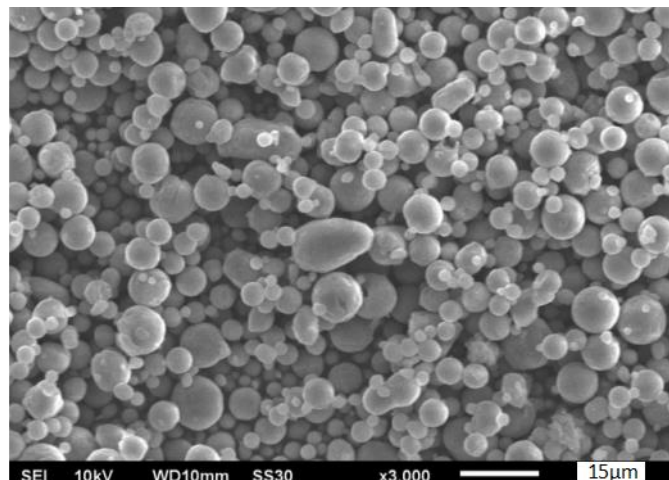


Figure I. 9 : particules réductrices  $C_{\phi-}$  observées par microscopie électronique à balayage

### I.2.3. Synthèse sur le propergol et ses constituants

Ces trois natures de constituants solides sont introduites en grande proportion massique (80%) dans la formulation du propergol. Ainsi, lorsque celui-ci est sollicité mécaniquement, le comportement prépondérant du propergol est de type granulaire. Cependant, localement, les faibles proportions de constituants fluides (20%) peuvent faire varier les écoulements internes de constituants solides [29]. Il en résulte une hétérogénéité locale qui influe sur la rhéologie globale adoptée par le propergol au cours de sa fabrication dans le malaxeur bivis.

### **I.3. Procédé de fabrication en continu du propergol**

La fabrication en continu du propergol s'effectue au moyen du procédé de malaxage bivis, procédé industriel constitué d'un système vis / fourreau. Le système de vis est composé de deux vis, parallèles, tournant dans le même sens (corotatives), à l'intérieur d'un fourreau dont la section a la forme d'un huit (cf. Fig.I. 13b).

Contrairement au procédé de type « batch » (cf. Fig.I. 10), qui est le procédé majoritairement utilisé par Herakles pour la fabrication de propergol, le malaxeur bivis (cf. Fig.I. 11) permet la mise en oeuvre du propergol à partir de plus faibles quantités de solvants au cours d'un cycle de fabrication [5,30], avec une possibilité d'alimentation continue en constituants fluides et solides [31]. En diminuant les quantités de produits répertoriés comme dangereux pour la santé [14], il y a aussi diminution des risques pyrotechniques engagés lors de la fabrication d'un propergol [14], et de fait, amélioration de la sécurité des personnes et des matériels. Le malaxeur bivis représente donc un intérêt économique, environnemental et de sécurité [5,6].

Un malaxeur bivis est constitué de plusieurs parties assemblées sur un châssis [31,32] (cf. Fig.I. 12) :

- l'ensemble vis / fourreau (a) ;
- le moteur (b) ;
- l'alimentation en constituants solides (c) ;
- la filière : mise en forme du propergol (d) ;
- les commandes (e).

L'ensemble vis / fourreau représente la partie active du procédé de fabrication, et assure l'homogénéisation du propergol. Le fourreau est en acier nitruré, et les deux vis corotatives sont en alliage cupro-aluminium.

Avec une vitesse maximale de rotation des vis pouvant atteindre 100 tr/min (équivalente à une vitesse linéaire de 160 mm/s), un débit maximum de propergol de 15 kg/h est productible (un airbag nécessite une charge de propergol de 3 à 4 grammes).

Le malaxeur bavis corotatif est qualifié d'autonettoyant car chaque flanc de vis nettoie le flanc de vis réciproque par « affleurage » et qu'il en va de même pour les sommets de filets des vis avec les alésages du fourreau. Le malaxeur bavis présente donc des entrefers réduits (0,3 mm) pouvant générer des écoulements particuliers du propergol.

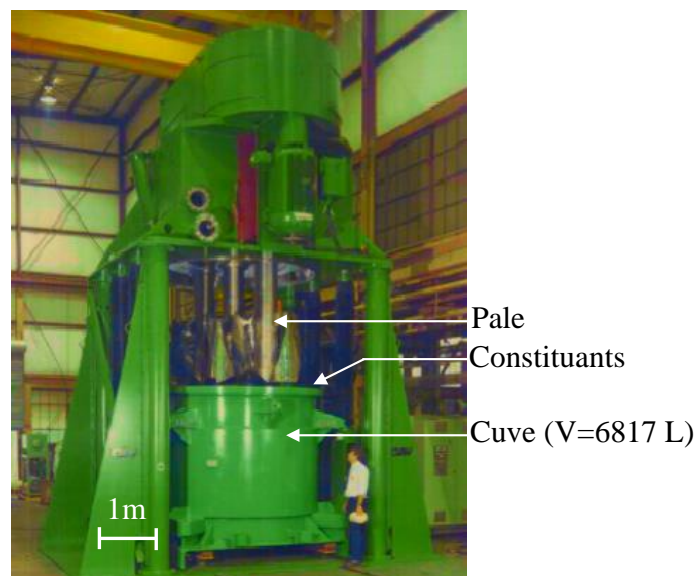


Figure I. 10 : malaxeur vertical

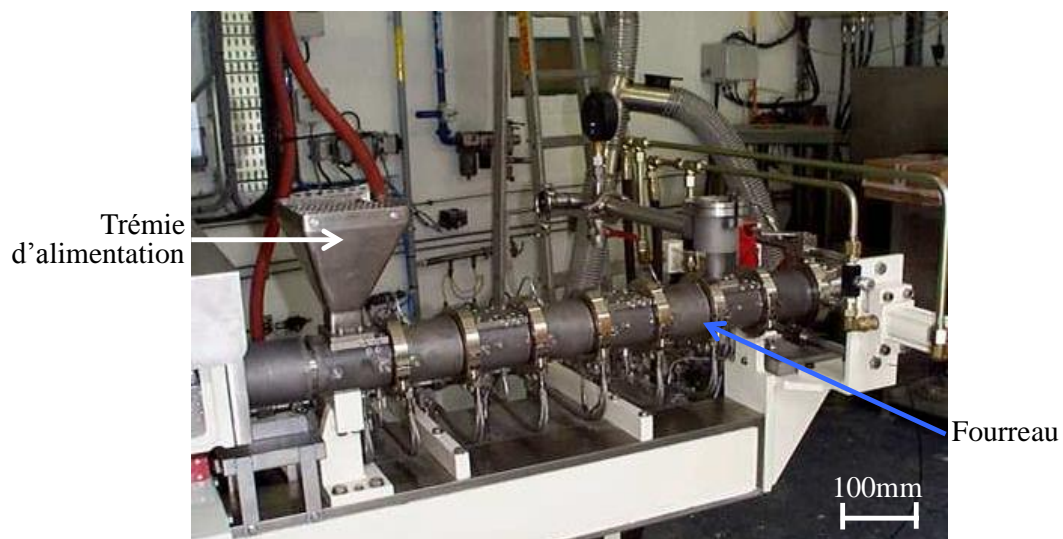


Figure I. 11 : malaxeur bavis

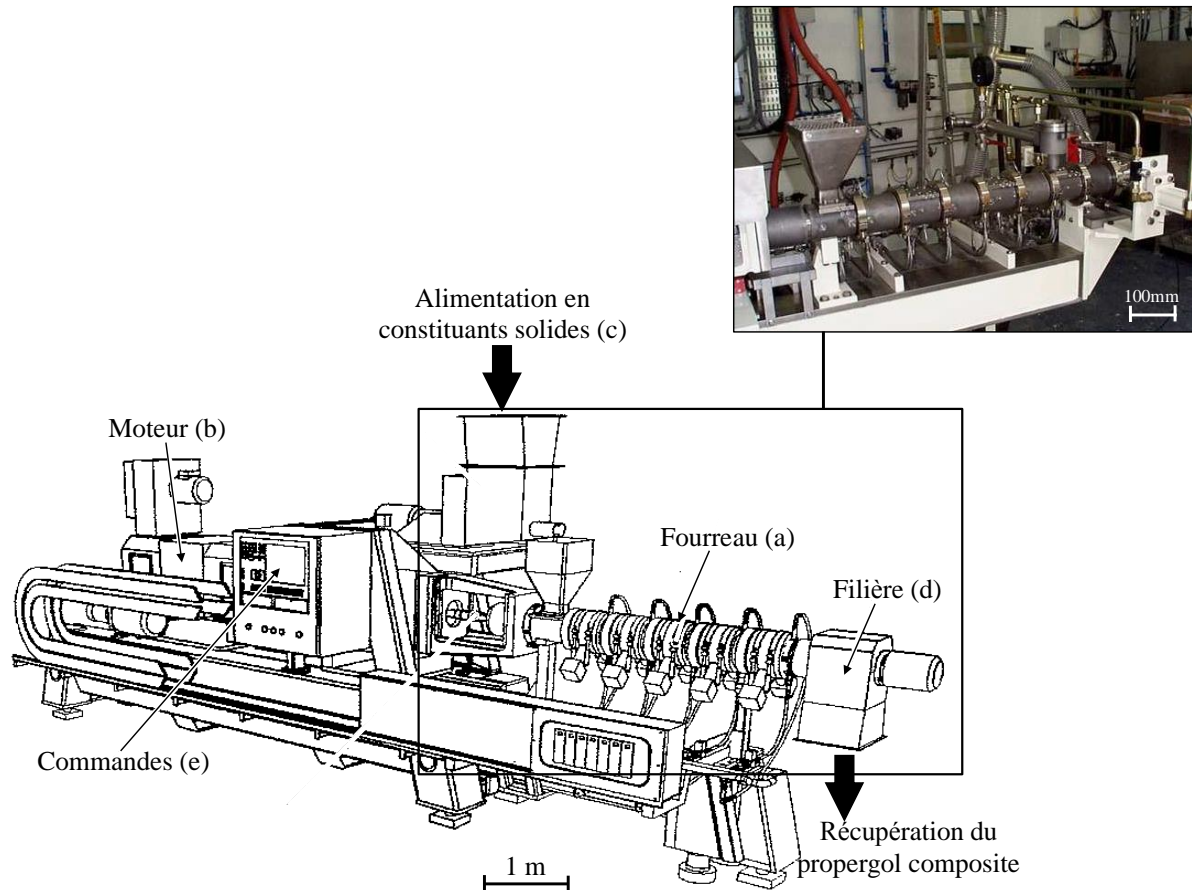


Figure I. 12 : schéma des différentes parties d'un malaxeur bivis

### I.3.1. Le fourreau

Le fourreau utilisé par Herakles, a une longueur de 2400 mm (cf. Fig.I. 13a). Il possède deux alésages cylindriques lisses en forme de huit, en acier nitruré, et sert d'enceinte au propergol [31] (cf. Fig.I. 13b.). Au moyen de trous de circulation de fluide caloporteur situés dans les parois du fourreau, la température de ce dernier peut être régulée pendant toute la durée de fabrication et transmise au propergol.

Au travers des alésages, une alimentation secondaire est possible grâce à des doseurs et des pompes, pour l'ajout respectif de constituants solides et de constituants fluides.

Les deux vis enchâssées dans le fourreau, sont de géométrie identique. Leur diamètre extérieur est identique, au jeu près, à celui des alésages du fourreau. Ce jeu représente l'entrefer du malaxeur bivis. Nous verrons par la suite que celui-ci peut être réduit en des zones bien précises du fourreau [33].



D'ailleurs, ce dernier est conçu de façon modulaire sur sa longueur totale. En effet, le fourreau est composé de modules correspondant chacun à une fonction particulière (alimentation, malaxage ou remplissage), Figure I. 13b. Ces modules sont assemblés les uns aux autres par des colliers de serrage, capables de résister aux pressions d'utilisation et d'étancher la jonction entre les modules (cf. Fig.I. 13a).

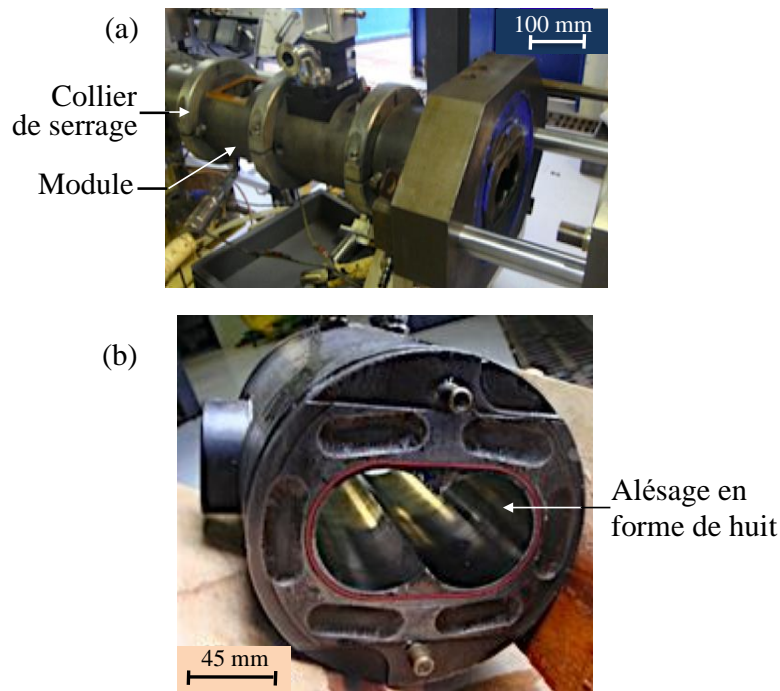


Figure I. 13 : (a) fourreau d'un malaxeur bivis,  
(b) vue d'un module de fourreau de malaxeur bivis

### I.3.2. Les vis

A l'intérieur du fourreau précédemment décrit, les vis corotatives sont composés d'un alliage cupro-aluminium de dureté superficielle inférieure à celle de l'acier nitruré du fourreau (environ 800 HV). Ces vis ont les dimensions suivantes :

- longueur : 800 mm ;
- diamètre : 25 mm ;
- entraxe : 45 mm.

Ces vis corotatives sont dimensionnées de telle sorte qu'un entrefer existe entre la paroi interne du fourreau et le sommet de filet des vis. La progression du propergol s'effectue par déplacement positif des vis corotatives (cf. Fig. I. 14). Par conséquent, cette progression peut se faire avec un taux de remplissage global non constant du malaxeur bivis [31,32], (cf. Fig.I. 16).

Ce taux de remplissage global du malaxeur bivis est proportionnel au rapport de deux paramètres de réglage du malaxeur : la vitesse de rotation des vis  $N$  et le débit massique d'alimentation  $Q_m$ .

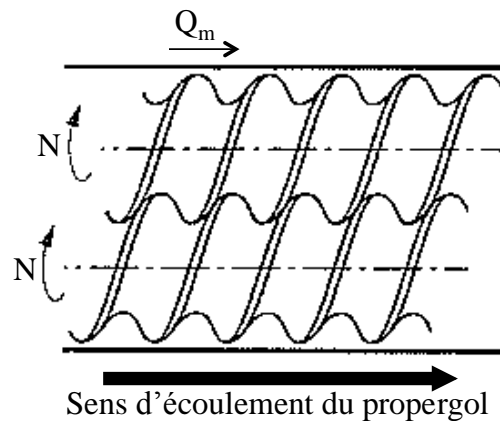


Figure I. 14 : vis corotatives interpénétrées dans le malaxeur bivis

Les vis présentent des profils géométriques différents tout le long du malaxeur bivis (cf. Fig.I. 15a). Elles permettent, suivant leur profil, le transport, le remplissage et le malaxage du propergol dans le malaxeur bivis (cf. Fig.I. 15b-e). Pour le remplissage de la hauteur totale du filet de vis par du propergol, le nombre de filets définissant le pas de vis peut être doublé. Ceci aura pour conséquence de ralentir la vitesse d'écoulement du propergol dans ce type de segment de vis et de créer un « bouchon » de matière (cf. Fig.I. 15a-b). Ce dernier est utile pour une meilleure homogénéisation du propergol.

Deux catégories de vis peuvent être distinguées dans le malaxeur bivis : les segments de vis à pas direct (dans le sens d'écoulement du propergol), ou à pas inverse (dans le sens opposé à l'écoulement du propergol), d'une part, et les éléments de malaxage d'autre part (cf. Fig.I. 15b-e). Les éléments de malaxage sont des bilobes, assemblés les uns aux autres avec un décalage d'un angle  $\theta$  (cf. Fig.I. 15d).

Les profils de vis présents dans le fourreau définissent donc les zones du fourreau. Cinq zones peuvent donc être différenciées à l'intérieur du malaxeur bivis et vont être décrites ci-après : la zone d'introduction, de remplissage, de transport, de malaxage et de pompage.



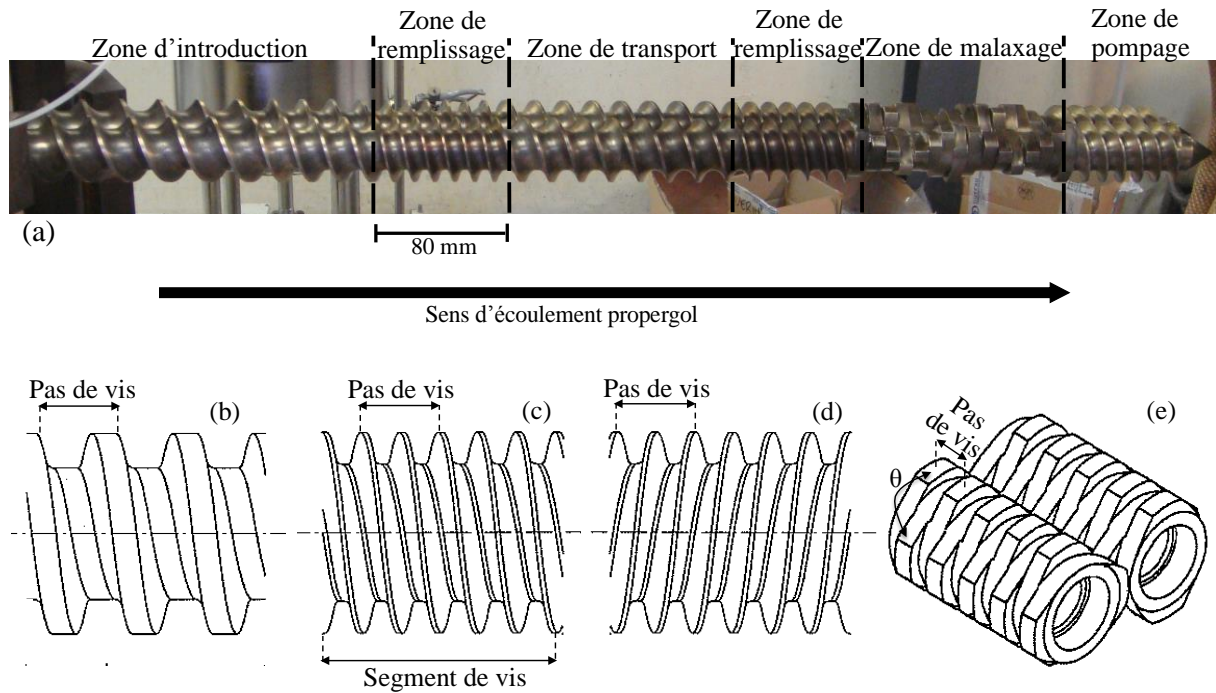


Figure I. 15 : (a) vue de profil de deux vis corotatives d'un malaxeur bavis, (b) segment de vis à pas direct à un filet présent dans la zone d'introduction, (c) segment de vis à pas direct à deux filets présent dans une zone de remplissage, (d) segment de vis à pas inverse à deux filets présent dans une zone de remplissage, (e) deux segments de bilobes présents dans une zone de malaxage

### I.3.2.1. La zone d'introduction

Dans cette zone, des tapis roulants et des doseurs massiques permettent un approvisionnement continu en constituants solides dans le malaxeur bavis. Les constituants fluides sont eux introduits par une pompe de dosage [31,33] dans l'entrefer. Le profil de vis dans cette zone est dans le sens direct d'écoulement de matière (cf. Fig.I. 15a-b).

Le propergol est hétérogène, avec la présence des constituants fluides et solides encore peu mélangés à ce stade du procédé de fabrication. Dans cette zone, le taux de remplissage du malaxeur bavis n'est pas à son maximum car les constituants du propergol n'occupent pas la totalité de la hauteur de filet disponible (cf. Fig.I. 16), ceci pour minimiser les sollicitations subies par les constituants, et ainsi éviter une initiation du propergol.

### I.3.2.2. La zone de transport

Ce type de zone est présent en plusieurs endroits du malaxeur bivis. Les constituants n'occupent pas la totalité de la hauteur de filet des vis dans cette zone. Cette zone favorise l'enrobage des constituants solides par les constituants fluides.

### I.3.2.3. La zone de remplissage

Cette zone peut être constituée de deux profils de vis différents : avec un segment de vis à deux filets, ou avec un segment de vis à pas inverse (cf. Fig.I. 15a,c-d). Dans ces deux cas, les constituants occupent la totalité de la hauteur de filet des vis. Le taux de remplissage du malaxeur bivis est important dans cette zone et contribue à une homogénéisation des constituants fluides et solides (cf. Fig.I. 16).

Sur la Figure I.16, il est possible d'observer l'évolution de l'aspect du propergol dans le malaxeur bivis (pulvéulence, couleur, ...), après arrêt de celui-ci. En effet, si le propergol a un aspect pulvérulent, blanc et hétérogène, au niveau de la zone d'introduction, à l'extrémité amont du malaxeur bivis, il prend un aspect plus homogène, de couleur verte, au niveau des zones de malaxage et de pompage, à l'extrémité aval du malaxeur bivis. Ces aspects indiquent l'évolution de l'état de mélange des constituants du propergol et donc de l'évolution des conditions de sollicitation de celui-ci en fonction des profil de vis rencontrés sur la longueur du malaxeur bivis.

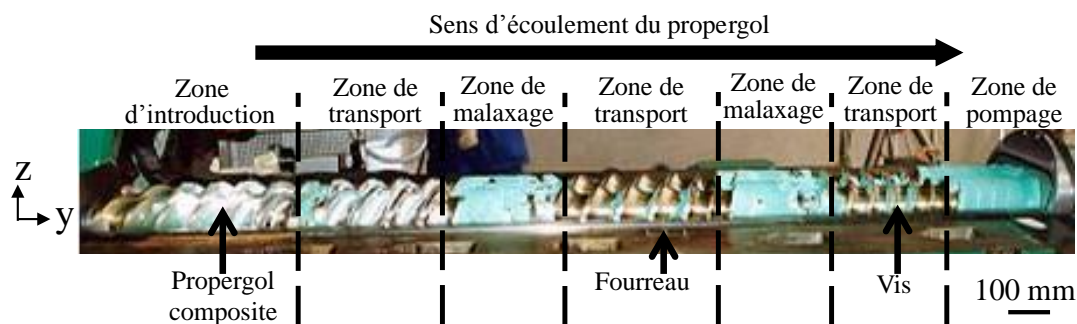


Figure I. 16 : malaxeur bivis ouvert après arrêt du processus de fabrication

### I.3.2.4. La zone de malaxage

Cette zone présente des éléments de malaxage décrits précédemment (cf. I.3.2) ; des éléments à deux lobes sont assemblés les uns aux autres (cf. Fig.I. 15e). De par leur géométrie spécifique, ces lobes favorisent la diminution de l'entrefer, ce qui génère une augmentation de la probabilité de contact entre les vis et les alésages du fourreau dans cette zone. En effet, il a été enregistré une forte augmentation de signaux de chocs dans cette zone par rapport aux autres zones du malaxeur bivis [33], en déplaçant un capteur acoustique sur la longueur de la paroi externe du fourreau, Figure I. 17b. Ces contacts entre les vis et les alésages du fourreau prouvent donc un changement des conditions de sollicitation du propergol dans cette zone de malaxage. Ces conditions de sollicitation étant donc plus sévères, il est nécessaire de les étudier pour prévenir toute initiation du propergol au cours de sa fabrication.

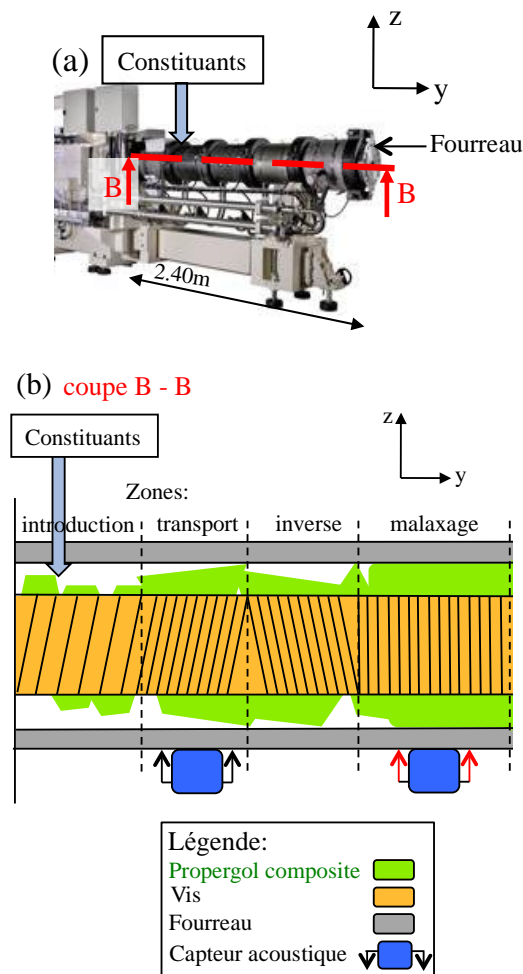


Figure I. 17 : (a) schéma d'un malaxeur bivis et (b) schéma de l'emplacement du capteur acoustique sur le malaxeur bivis

Ainsi, il existe des entrefers très réduits entre les bilobes et l'alésage du fourreau, dans cette zone du malaxeur bivis. D'autre part, ces entrefers réduits existent lorsque les bilobes ont une position bien spécifique dans l'alésage du fourreau. En effet, en déplaçant le capteur acoustique sur la circonférence du fourreau (cf. Fig.I 18b, cas A-C), les maxima d'intensité des signaux de chocs se trouvent en deux positions : à  $+45^\circ$  et  $-135^\circ$ , par rapport à l'axe de symétrie du fourreau (cf. Fig.I 18b, cas C). Ces entrefers réduits ont donc pour positions préférentielles  $+45^\circ$  et  $-135^\circ$  dans le fourreau et créent des gradients de vitesse d'écoulement du propergol dans le malaxeur bivis. Ceci est clairement montré par sa modélisation en mécanique des fluides [34], (cf. Fig.I 19).

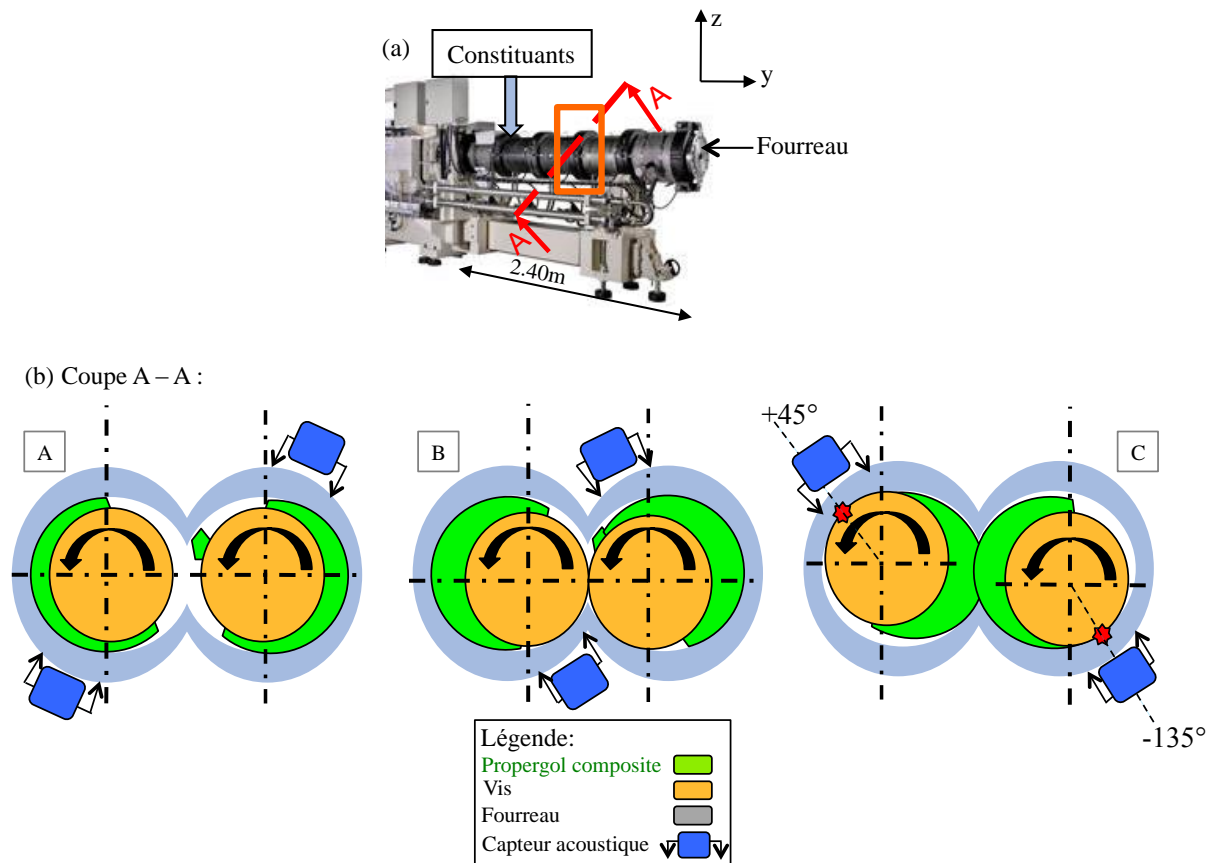


Figure I. 18 : (a) schéma du malaxeur bivis et de la coupe A-A et  
(b) schéma des différents emplacements du capteur acoustique sur la circonférence du fourreau

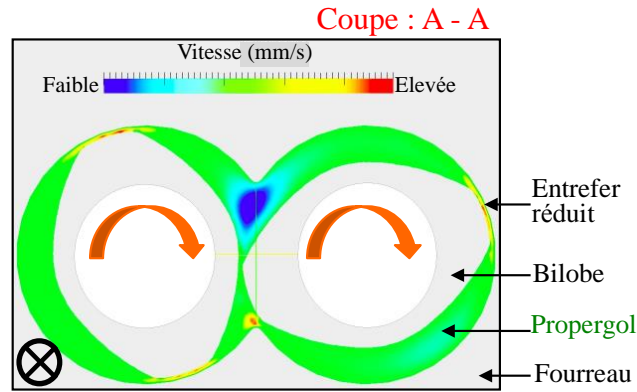


Figure I. 19 : modélisation de la vitesse d'écoulement du propergol, dans une section de la zone de malaxage d'un malaxeur bivis, en mécanique des fluides

Un gradient de vitesse d'écoulement traduit des sollicitations différentes du volume de propergol dans ces entrefers réduits de la zone de malaxage.

Le cisaillement du propergol est donc généré par les sommets des bilobes et l'alésage du fourreau. Or, le cisaillement est répertorié comme étant un stimulus menant à l'initiation d'un propergol [1]. Par conséquent, il est important de bien comprendre l'écoulement du propergol dans ces entrefers réduits pour évaluer les risques d'initiation dans une zone de malaxage et améliorer la sécurité d'utilisation du malaxeur bivis.

#### *1.3.2.5. La zone de pompage*

Dans cette zone, à l'échelle macroscopique, le propergol est plus homogène qu'au début du cycle de fabrication, dans la zone d'introduction (cf. Fig.I 16). La hauteur de filet de vis est complètement remplie.

Au cours de la fabrication, des inclusions de gaz peuvent se former dans le volume du propergol. Or ces inclusions représentent des surfaces de combustions supplémentaires pour le propergol. Elles augmentent donc son amorçabilité, ce qui n'est pas du tout désiré, il est donc important de les éliminer. Pour cela, des pompes de gaz abaisse, dans cette zone, la pression du milieu, pour permettre l'évacuation de ces éventuelles inclusions de gaz du volume du propergol [31,35,36].

### I.3.3. Synthèse sur la fabrication du propergol dans un malaxeur baxis

Le malaxeur baxis permet la fabrication du propergol grâce à l'enchaînement de différents profils de vis, mélangeant des constituants fluides et solides à l'intérieur du fourreau. Liés à ces entrefers réduits, les profils de vis peuvent générer un cisaillement du propergol, sollicitation tribologique répertoriée comme initiante pour celui-ci [1,37]. Il est donc important de répertorier les différents mécanismes connus pouvant provoquer l'initiation du propergol par cisaillement.

### **I.4. Mécanismes connus d'initiation par cisaillement d'un propergol**

L'initiation généralisée d'un propergol [37] par cisaillement est caractérisée par une explosion, une étincelle, un dégagement de fumée ou un changement de couleur et d'odeur du propergol [1]. Ces réactions d'initiation sont accompagnées de points chauds [38,39], également appelés initiations localisées [37]. Ainsi, par opposition à ces initiations localisées, l'initiation du propergol est appelée initiation généralisée [37]. La température de ces initiations localisées peut atteindre 700K [40]. Elles peuvent intervenir quelques 10  $\mu$ s avant l'initiation généralisée du propergol. Ce temps de 10  $\mu$ s est assimilé à un délai thermique,  $t_{\text{thermique}}$ , pour que les initiations localisées engendrent par coalescence une initiation généralisée du propergol. Se posent alors plusieurs questions. Dans un premier temps, quel est le mécanisme d'apparition d'une initiation localisée ? Ensuite, quelle est la raison de l'existence de  $t_{\text{thermique}}$ , délai observé entre l'apparition des premières initiations localisées et l'initiation généralisée du propergol ? Et enfin, quels seraient les scénarios probables de propagation de ces initiations localisées à l'origine d'une initiation généralisée du propergol ?

#### I.4.1. Mécanismes d'apparition d'une initiation localisée

Ces zones d'initiations localisées ont un diamètre de 10  $\mu$ m, lié à la forme de la particule [41,42]. De nombreuses études ont porté sur les mécanismes d'apparition de ces initiations localisées. Certains font état de l'influence de la création de porosités dans le volume [43,44]. Ces porosités, appelées porosités fermées dans ce manuscrit, se créent dans le volume de propergol et ne débouchent pas jusqu'à son extrême surface.

De fait, plusieurs mécanismes peuvent être impliqués dans la formation d'une initiation localisée d'un propergol :

- *mécanisme hydrodynamique* par migration des constituants fluides [45] ;
- *échauffement de gaz emprisonné* à l'intérieur de porosités fermées [46,47] ;
- *échauffement local* par effondrement viscoplastique de porosités fermées [48-51] ;
- *formation d'un arc électrique local*, entre les constituants réducteurs contenus dans le propergol [52].

Concernant ce dernier mécanisme, la sollicitation électrique étant directement appliquée par l'expérimentateur aux particules réductrices, ce mécanisme peut donc être qualifié d'artificiel. En outre, il n'a pas encore été observé « naturellement » au cours d'une sollicitation, ni validé expérimentalement dans la littérature.

Par ailleurs, parmi ces mécanismes d'apparition d'initiations localisées, deux font appel aux porosités fermées, présentes dans l'épaisseur de propergol. Quelles seraient les conséquences pour le propergol d'une présence conjointe de porosités fermées et d'une initiation localisée ? Ces porosités favorisent le confinement du milieu générant l'initiation localisée, nécessaire à la transition de l'initiation localisée à une initiation généralisée du propergol [11]. Ainsi, pour comprendre le scénario d'apparition d'une initiation localisée, il est nécessaire d'étudier l'évolution de l'épaisseur du propergol à partir de la formation de porosités fermées, lorsque celui-ci est sollicité par cisaillement.

#### 1.4.2. Influence de l'évolution de l'épaisseur du propergol sur son initiation

La compréhension des phénomènes impliqués dans la création d'initiations localisées pouvant déclencher une initiation généralisée du propergol, peut s'appuyer sur des observations effectuées avec un autre type de sollicitation du propergol, par exemple l'impact d'un projectile sur un échantillon de propergol [53-56]. Avec ce type de sollicitation, il est admis que l'énergie thermique dissipée de manière macroscopique par cette sollicitation ne peut expliquer une initiation localisée. En effet, à partir des paramètres mécaniques macroscopiques donnés par Gruaud C. [56], un calcul d'impact à basse vitesse conduit à un échauffement du propergol de 50°C, insuffisant pour générer une initiation généralisée du propergol. Pour déclencher cette dernière lors d'un impact à basse vitesse, des initiations localisées doivent être créées à une échelle microscopique afin d'apporter, par un phénomène dissipatif, la chaleur nécessaire à l'initiation généralisée. L'amorçabilité décrivant la capacité

d'un propergol à s'initier, il y a ici une influence de paramètres locaux sur l'amorçabilité global du propergol par impact [56,57] :

- déformation du propergol sous l'effet de l'impact du projectile, avec des valeurs de déformations et de contraintes pouvant être très élevées à l'échelle microscopique compte tenu de la forte hétérogénéité du matériau,
- conversion, par dissipation de l'énergie mécanique, en chaleur à l'échelle locale avec la formation d'initiations localisées,
- augmentation localisée de la température du propergol,
- début de décomposition chimique du propergol par accroissement de la température locale,
- cette décomposition chimique étant fortement exothermique, il y a une augmentation rapide de la chaleur produite par le propergol,
- initiation généralisée du propergol.

Ce qu'il faut retenir de ce scénario d'initiation généralisée du propergol sous sollicitation par impact d'un projectile, est le caractère précurseur de l'énergie mécanique transmise au propergol. Cette énergie génère des déformations (majoritairement plastiques) à l'échelle microscopique, dans le volume du propergol qui se convertit en énergie thermique pour créer des initiations localisées.

#### 1.4.3. Déformations des constituants solides du propergol menant à une initiation localisée

Les initiations localisées semblent se former sur des sites microscopiques, inférieurs en diamètre à la taille caractéristique de cette initiation localisée (10  $\mu\text{m}$ ) [41,58,59]. Ces sites se trouveraient donc à la surface de constituants solides [60]. Certains de ces constituants solides, possédant trois phases cristallines métastables [26-28], sont susceptibles de connaître des transitions de phases cristallines. Ces transitions de phases pour des constituants de la même nature que les constituants  $B_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset-}$  sont détaillées dans [27,61-63].

Or, il est avéré qu'une de ces phases cristallines, non introduite initialement dans le propergol, apparaît lors de l'impact [64-67]. Ces transitions de phases s'opèreraient lors du transfert de l'énergie mécanique du projectile au propergol, en générant des déformations plastiques de constituants solides [68].



Ces déformations plastiques locales, et les transitions de phases cristallines qui les accompagnent, constituent des indices témoignant des efforts subis par le propergol au cours de la sollicitation en cisaillement.

De plus, le propergol étant un matériau hétérogène contenant environ 80% en masse de constituants solides, son écoulement global serait équivalent à celui d'un matériau granulaire lorsqu'il est sollicité en cisaillement [69-71]. Ainsi un arrangement spécifique des constituants (cf. Fig.I. 20) se met en place en son sein. En effet, il semble que les constituants solides ayant une grande mobilité dans l'épaisseur du matériau granulaire migrent dans une bande d'écoulement médiane de ce matériau. Par opposition, les constituants ayant une plus faible mobilité se trouveraient dans des bandes d'écoulement réduit, situées à l'interface entre les parois des corps sollicitants et le matériau granulaire, de part et d'autre de la bande médiane d'écoulement. Ainsi, nous parlerons de couches supérieure, intermédiaire et inférieure, du propergol. Ceci constitue donc un arrangement de l'épaisseur du propergol en trois couches superposées, à vitesses d'écoulement différentes. Cet arrangement particulier des constituants solides dans l'épaisseur du propergol pourrait avoir une incidence sur son amorçabilité, ce qui sera étudié par la suite.

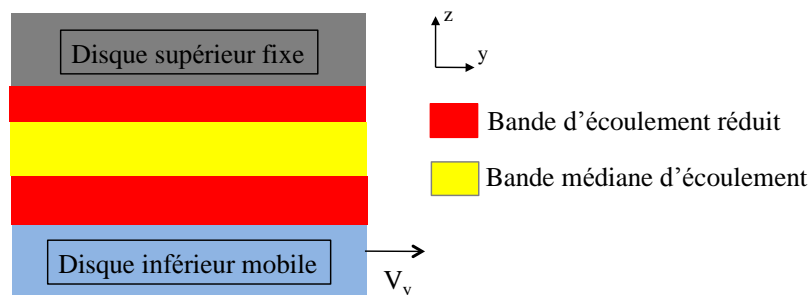


Figure I. 20 : Organisation en trois couches superposées d'un matériau granulaire cisailé

Pour étudier l'ensemble des phénomènes locaux pouvant intervenir dans le mécanisme d'initiation généralisée du propergol lorsqu'il est sollicité en cisaillement entre deux parois, il est obligatoire d'avoir une approche pluridisciplinaire, regroupant les effets mécaniques, thermiques et physicochimiques, des conditions de sollicitations.

## I.5. La tribologie appliquée au cisaillement d'un propergol

De nombreuses disciplines à applications industrielles ont recours à la tribologie ; que ce soit dans le textile (propriétés mécaniques des tissus), l'aéronautique (système d'ouverture/fermeture des paliers à air pour l'air conditionné), l'automobile (contact disque/plaquette de frein) ou le ferroviaire (contact roue/rail). L'expertise tribologique consiste à comprendre l'usure de pièces en contact, pour ensuite maîtriser la durée de vie du contact. Par usure, il est entendu perte de matière des surfaces en contact, matière qui est définitivement éjectée du contact.

Bien trop souvent, ce contact entre surfaces antagonistes est simplement défini par le terme générique de « frottement », et caractérisé par le coefficient de frottement,  $\mu$ , rapport élémentaire entre les efforts tangentiel  $F_T$  et normal  $F_N$  [72] :

$$\mu = \frac{F_T}{F_N}.$$

Ce coefficient de frottement est usuellement supposé intrinsèque aux matériaux constitutifs des surfaces mises en contact alors qu'il ne prend pas en compte la différence existant entre le dispositif de mesure théorique et l'application dans le contact réel. Par conséquent, il ne traduit pas directement la phénoménologie locale, d'autant que la mise en mouvement relatif de surfaces en contact génère une couche interfaciale. Cette couche est de composition et de propriétés, différentes des deux corps qui sont initialement en contact [73]. Cette couche est appelée troisième corps [73-75]. Les deux solides initialement en contact sont appelées premiers corps. Ainsi, cette couche nouvellement formée de troisième corps naturel rend impossible la mesure d'un coefficient de frottement « intrinsèque » au matériau, car cette mesure ne traduit pas la réalité d'un contact. Pour un mécanisme donné, il est donc préférable d'évoquer la mesure d'un facteur de frottement entre les premiers corps et le troisième corps, et non pas la mesure d'un coefficient de frottement.

Pour le cas considéré, le troisième corps initialement introduit dans le contact est le propergol. Il est possible de définir le système permettant de relier les premiers corps, le troisième corps et le mécanisme de sollicitation. Ce système est appelé : triplet tribologique [73].

### I.5.1. Le concept de troisième corps appliqué au cisaillement du propergol

Pour expliciter la phénoménologie locale intervenant lors d'un contact entre deux surfaces, et reconstituer à l'échelle globale la vie du contact, en régime de lubrification fluide et solide entre deux corps, le triplet tribologique a été introduit (cf. Fig.I. 21a).

Dans le cas de l'entrefer réduit existant entre le fourreau et les vis du malaxeur bivis (cf. Fig.I. 21b), le troisième corps est introduit dans le contact. Il n'est pas issu de la dégradation des corps en contact, c'est à dire de l'usure des premiers corps, que sont les alésages du fourreau et les sommets de filets des vis. Il s'agit donc d'un troisième corps « artificiel ». De plus, ce troisième corps est hétérogène car il est constitué de fluides et de solides (cf. Fig.I. 22).

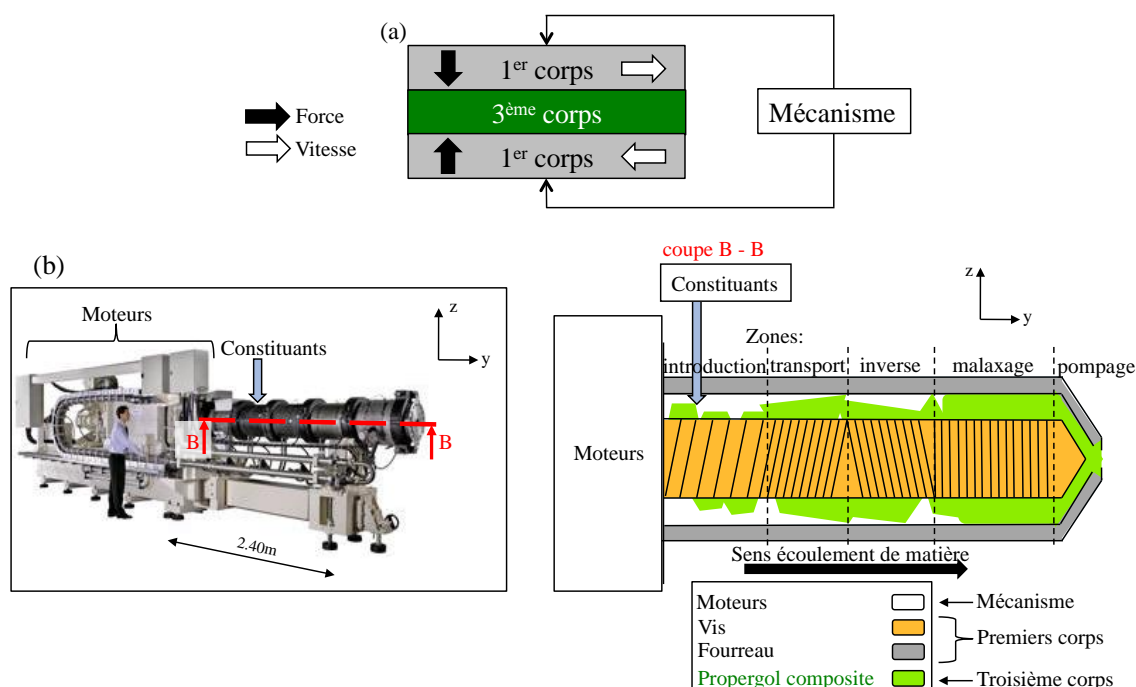


Figure I. 21 : (a) concept de triplet tribologique  
et (b) application du concept de triplet tribologique au malaxeur bivis

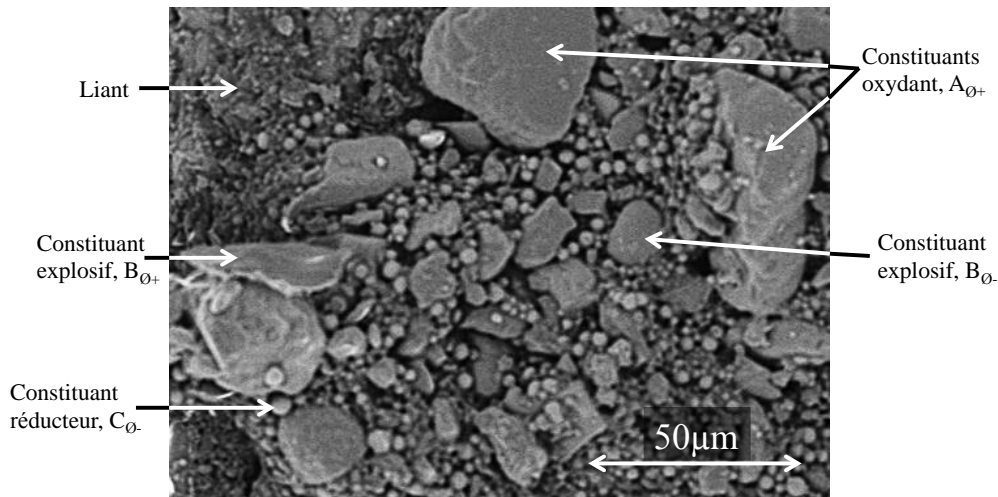


Figure I. 22 : troisième corps observé par microscopie électronique à balayage

Ainsi, au travers de l'étude de sa composition, sa morphologie et sa réactivité, le troisième corps est utilisé comme un traceur des conditions de contact dans le malaxeur bivis.

Afin d'appréhender les conditions locales de contact pouvant intervenir dans les entrefers réduits de la zone de malaxage, il est nécessaire de déterminer le cycle de vie du troisième corps à l'intérieur de celui-ci : c'est le circuit tribologique [75].

### 1.5.2. Le circuit tribologique du propergol dans le malaxeur bivis

Le circuit tribologique décrit les écoulements du troisième corps dans le contact grâce à cinq débits (cf. Fig.I. 23) :

- le débit source  ${}^3Q_s$  est l'introduction d'un troisième corps artificiel dans le contact constitué de particules extérieure  ${}^3Q_s^e$ ,
  - le débit interne  ${}^3Q_i$  est le débit du troisième corps entre les deux parois des premiers corps,
  - le débit d'éjection  ${}^3Q_e$  est le débit de particules de troisième corps qui sort du contact. Il résulte de la somme du débit de recirculation  ${}^3Q_r$  et du débit d'usure  ${}^3Q_u$ ,
  - le débit de recirculation  ${}^3Q_r$  est la partie du débit d'éjection qui est réintroduit dans le contact,
  - le débit d'usure  ${}^3Q_u$  est l'autre partie du débit externe qui ne participe plus au contact.
- Ainsi, pour le cas considéré, un débit d'usure important se traduit par une absence du troisième corps dans le contact, ce qui est néfaste pour le mécanisme. En effet, le propergol étant malaxé entre les parois de vis et de fourreau pour mélanger de manière homogène les différents constituants, sa présence dans cet entrefer est impérative.

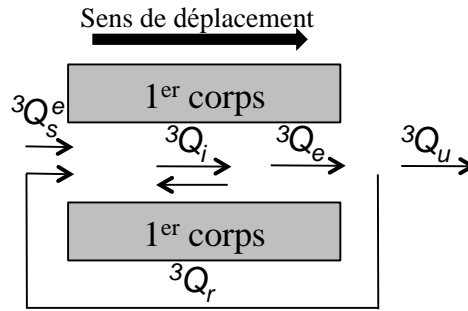


Figure I. 23 : schéma du circuit tribologique théorique (2D)

Dans le cas du malaxeur bivis, il serait nécessaire d'étendre le circuit tribologique en trois dimensions (cf. Fig.I. 24). Ainsi, les débits précédents sont décomposés selon deux composantes, une longitudinale (axe y) et une latérale (axe x) [76,77] :

- le débit source 3D :  ${}^3Q_s = {}^3Q_s^e = ({}^3Q_{s\text{ Longi}}^e + {}^3Q_{s\text{ Lat}}^e)$

Le débit source externe longitudinal  ${}^3Q_{s\text{ Longi}}^e$  décrit l'écoulement de troisième corps, de zone en zone, sur toute la longueur du malaxeur bivis. C'est la direction de déplacement privilégiée du troisième corps dans le malaxeur bivis, selon l'axe (y) (cf. Fig.I. 24). Le débit source externe latéral  ${}^3Q_{s\text{ Lat}}^e$  est principalement généré par la rotation des vis. Cette rotation, perpendiculaire à l'écoulement du troisième corps, crée des détachements de particules de premiers corps par contact ponctuel entre ceux-ci (cf. Chapitre III),

- le débit interne 3D :  ${}^3Q_i = {}^3Q_{i\text{ Longi}} + {}^3Q_{i\text{ Lat}}$

${}^3Q_{i\text{ Longi}}$  et  ${}^3Q_{i\text{ Lat}}$  décrivent les écoulements des constituants fluides et solides du propergol dans le contact,

- le débit d'éjection 3D :  ${}^3Q_e = {}^3Q_{e\text{ Longi}} + {}^3Q_{e\text{ Lat}}$

${}^3Q_{e\text{ Longi}}$  et  ${}^3Q_{e\text{ Lat}}$  décrivent les écoulements des constituants du troisième corps en périphérie de contact,

- le débit de recirculation 3D :  ${}^3Q_r = {}^3Q_{r\text{ Longi}} + {}^3Q_{r\text{ Lat}}$

Le débit de recirculation longitudinal  ${}^3Q_{r\text{ Longi}}$  n'existe que dans les zones de remplissage du malaxeur bivis, car elles présentent des profils de vis à pas inverse faisant circuler le troisième corps dans le sens opposé d'écoulement. Le débit de recirculation latéral  ${}^3Q_{r\text{ Lat}}$  est créé par la rotation des vis et une vitesse d'écoulement plus faible du troisième corps. Ainsi, le troisième corps présent dans le contact peut

être sollicité plusieurs fois par le même sommet de filet de vis. Ce cas existe dans les zones de malaxage et les zones de remplissage du malaxeur bivis.

- le débit d'usure 3D :  ${}^3Q_u = {}^3Q_{u\text{ Longi}} + {}^3Q_{u\text{ Lat}}$

le contact entre les premiers corps et le troisième corps s'effectuant sur toute la longueur du malaxeur bivis, le débit d'usure longitudinal est équivalent au débit source externe longitudinal  ${}^3Q_{u\text{ Longi}} = {}^3Q_{s\text{ Longi}}^e$ . En effet, la même quantité de troisième corps sort de la zone d'introduction du malaxeur bivis pour entrer dans la zone suivante, une zone de remplissage par exemple (cf. Fig.I. 24), il en va de même pour le débit d'usure latéral, qui est lui équivalent au débit source externe latéral :

$${}^3Q_{u\text{ Lat}} = {}^3Q_{s\text{ Lat}}^e$$

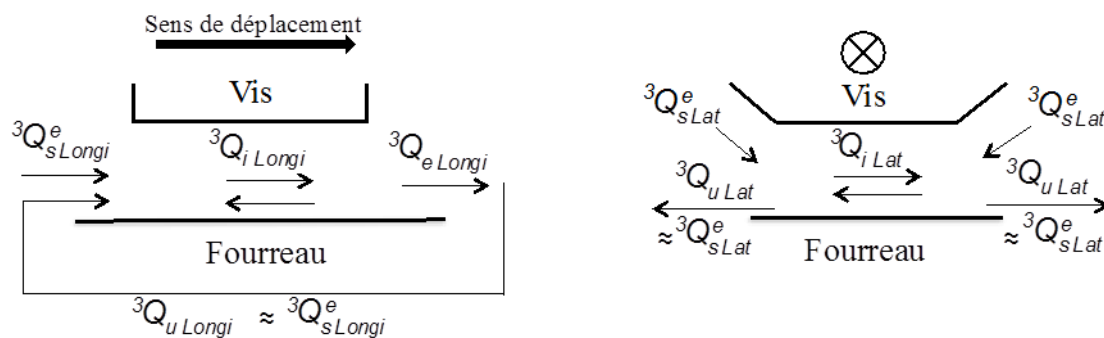


Figure I. 24 : schéma du circuit tribologique appliqué au malaxeur bivis (3D)

## I.6. Conclusions et discussion

Le malaxeur bivis, dispositif de fabrication du propergol, possède une zone de malaxage présentant des sollicitations tribologiques susceptibles d'initier le propergol. En effet, d'une part, de forts signaux de chocs entre les premiers corps (les sommets des vis et les alésages du fourreau) enregistrés en présence du propergol en cours de malaxage, montrent qu'il existe un contact direct pouvant modifier l'écoulement du propergol composite. D'autre part, dans ces zones de contacts, des sollicitations assimilables à des sollicitations de cisaillement du propergol peuvent intervenir. Or la sollicitation par cisaillement est un type de sollicitation mécanique pouvant provoquer l'initiation du propergol [1,11,47]. Ce cisaillement du propergol dans ces entrefers réduits du malaxeur bivis génère localement des conditions mécaniques, thermiques et physicochimiques de sollicitations bien spécifiques, appelées

conditions tribologiques et associées à des pressions et des vitesses de rotation de vis particulières. Par conséquent, il est nécessaire de mieux appréhender ces conditions tribologiques menant à l'initiation du propergol. L'expertise tribologique se focalise donc sur cette zone de malaxage présentant les plus fortes sollicitations pour le propergol.

A l'intérieur de cette zone, le propergol est comprimé et cisailé dans l'entrefer réduit. C'est pourquoi, deux efforts mécaniques locaux, subis par le propergol et appliqués par les premiers corps, ont été retenus pour l'étude tribologique de l'initiation : les forces normale ( $F_N$ ) et tangentielle ( $F_T$ ), Figure I. 25.

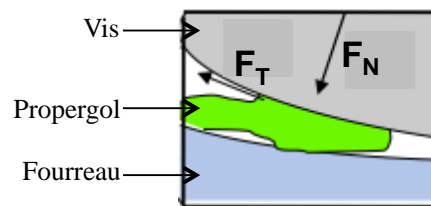


Figure I. 25 : représentation des efforts locaux élémentaires appliqués au propergol pendant sa fabrication, dans un entrefer réduit de malaxeur bivis

Le malaxeur bivis étant un dispositif industriel de grande dimension (2m40 de longueur) et complexe à instrumenter pour étudier les zones de contact, il est nécessaire d'isoler ces deux efforts mécaniques pour modéliser des sollicitations tribologiques appliquées au propergol. Ainsi, par l'instrumentation d'un dispositif expérimental modèle de plus petite dimension que le malaxeur bivis, il sera possible d'étudier les conditions tribologiques d'initiation du propergol, tant à l'échelle globale qu'à l'échelle locale, avec l'aide de la modélisation numérique de la surface de contact.

### I.7. Démarche de caractérisation des conditions tribologiques de l'initiation généralisée du propergol

Bien souvent, il est conclu que pour initier par cisaillement un matériau énergétique, quel qu'il soit, il est obligatoire d'avoir une élévation suffisante de la température de l'aire de contact au cours de la sollicitation [78].

Seulement, est-il justifié de parler d'élévation de température dans l'aire de contact ? Cette élévation de température est-elle vraiment nécessaire à l'initiation du propergol ? Si tel est le cas, cette sollicitation thermique est-elle la cause initiale de la mise en place d'un mécanisme d'initiation du propergol ? Si ce n'est pas le cas, quelles sont les autres sollicitations subies

par le propergol sous sollicitations tribologiques, quelles sont leurs conséquences sur l'écoulement global du propergol et quelle hiérarchie se met en place entre ces sollicitations dans le(s) circuit(s) tribologique(s) d'initiation du propergol ?

Pour répondre à ces questions, il est nécessaire de coupler des approches expérimentale et numérique, permettant des analyses simultanées des données mécaniques et physicochimiques sous un même formalisme. En effet, tout l'enjeu est donc :

- de réaliser des essais élémentaires de frottement du propergol, représentatifs des conditions de sollicitations rencontrées dans le malaxeur baxis
- de mesurer et analyser les grandeurs mécaniques ( $F_T$ ,  $F_N$ ,  $\mu$ ) associées à ces essais caractéristiques de l'initiation du propergol
- déterminer quel(s) paramètre(s) global(aux) et/ou local(aux) influe(nt) sur l'amorçabilité du propergol.

Remplir ces objectifs permettra d'établir un comportement caractéristique du propergol sous sollicitations tribologiques et *in fine* de prédire les conditions d'initiation dans un malaxeur baxis.





**CHAPITRE II :**  
**COMPORTEMENTS MACROSCOPIQUES ET**  
**MICROSCOPIQUES DU PROPERGOL SOUS**  
**SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES**

## **CHAPITRE II – COMPORTEMENTS MACROSCOPIQUE ET MICROSCOPIQUES DU PROPERGOL SOUS SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES ..... 51**

### **II.1. APPROCHE EXPERIMENTALE DE L'EXPERTISE TRIBOLOGIQUE DE L'INITIATION D'UN PROPERGOL ..... 54**

II.1.1.	PRINCIPE DU TEST D'INDICE DE SENSIBILITE AU FROTTEMENT.....	54
II.1.2.	LE DISPOSITIF JULIUS PETERS .....	55
II.1.3.	LES PREMIERS CORPS UTILISES POUR LE TEST ISF .....	57
	II.1.3.1. Premiers corps inférieurs .....	57
	II.1.3.2. Premiers corps supérieurs .....	59
	II.1.3.3. Instrumentation du dispositif Julius Peters .....	60
	II.1.3.3.1. Disque contacteur .....	61
	II.1.3.3.2. Capteur de force biaxial .....	61
	II.1.3.3.3. Camera infrarouge à haute vitesse d'acquisition .....	62
	II.1.3.3.4. Camera visible à haute vitesse d'acquisition .....	63
	II.1.3.3.5. Miroir dichroïque .....	63
	II.1.3.3.6. Premiers corps modèles .....	66
	II.1.3.4. Triplets de matériaux utilisés sur le dispositif TriboME .....	67
II.1.4.	ETUDE THERMOMECHANIQUE DE L'INITIATION DU PROPERGOL SOUS SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES DE PREMIERS CORPS POREUX ET RUGUEUX ....	71
II.1.5.	ETUDE THERMOMECHANIQUE DE L'INITIATION DU PROPERGOL SOUS SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES DE PREMIERS CORPS NON POREUX, RUGUEUX ET PEU RUGUEUX .....	76
II.1.6.	OBSERVATION DE LA SURFACE DE CONTACT LORS DE L'INITIATION DU PROPERGOL SOUS CONDITIONS TRIBOLOGIQUES .....	78
II.1.7.	ROLE EFFECTIF DU FACTEUR DE FROTTEMENT MACROSCOPIQUE DANS LE SCENARIO D'INITIATION DU PROPERGOL .....	81
II.1.8.	INFLUENCE DES PHENOMENES THERMIQUES LOCAUX DANS LE SCENARIO D'INITIATION DU PROPERGOL .....	82
II.1.9.	MISE EN EVIDENCE DES DEBITS INTERNES DES CONSTITUANTS DU PROPERGOL PENDANT LES SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES MENANT A SON INITIATION .....	85

### **II.2. APPROCHE NUMERIQUE DE L'EXPERTISE TRIBOLOGIQUE DE L'INITIATION D'UN PROPERGOL ..... 87**

II.2.1.	CHOIX DE LA METHODE PERMETTANT D'APPREHENDER LOCALEMENT LES SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES MENANT UN PROPERGOL A SON INITIATION ? ..	87
II.2.2.	CONSTRUCTION DU MODELE NUMERIQUE .....	91

II.2.3.	COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE DU PROPERGOL SOUS SOLLICITATIONS TRIBOLOGIQUES .....	93
II.2.3.1.	COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION INITIALE .....	94
II.2.3.2.	COMPORTEMENT DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION ET CISAILLEMENT AVEC DES VALEURS MOYENNES DE COEFFICIENTS DE FROTTEMENT LOCAUX ET DE COHESION INTER-PARTICULAIRE .....	95
II.2.3.3.	COMPORTEMENT DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION ET CISAILLEMENT AVEC UNE VALEUR MOYENNE DE COEFFICIENTS DE FROTTEMENT LOCAUX ET UNE FORTE COHESION INTER-PARTICULAIRE .....	99
II.2.3.4.	COMPORTEMENT DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION ET CISAILLEMENT AVEC UNE VALEUR MOYENNE DE COEFFICIENTS DE FROTTEMENT LOCAUX ET UNE FAIBLE COHESION INTER-PARTICULAIRE .....	100
II.2.3.5.	COMPORTEMENT DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION ET CISAILLEMENT AVEC UNE VALEUR FORTE DE COEFFICIENTS DE FROTTEMENT LOCAUX ET UNE VALEUR MOYENNE DE COHESION INTER-PARTICULAIRE .....	102
II.2.3.6.	COMPORTEMENT DU PROPERGOL SOUS COMPRESSION ET CISAILLEMENT AVEC UNE VALEUR FAIBLE DE COEFFICIENTS DE FROTTEMENT LOCAUX ET UNE VALEUR MOYENNE DE COHESION INTER-PARTICULAIRE .....	104

II.3.	DISCUSSIONS SUR L'APPROCHE NUMERIQUE PAR ELEMENTS DISCRETS MENANT A L'INITIATION GENERALISEE DU PROPERGOL .....	106
-------	---	-----

## **Chapitre II. Comportements macroscopiques et microscopiques du propergol sous sollicitations tribologiques**

L'expertise de l'initiation du propergol se concentre sur la zone de malaxage du malaxeur baxis car elle présente les conditions de sollicitations tribologiques les plus sévères pour le propergol. Dans cette zone, le propergol est comprimé et cisailé par les sommets des bipôles des vis et les alésages du fourreau. Le cisaillement étant un stimulus d'initiation pour le propergol [16,17], des tests de sécurité ont été élaborés par l'entreprise Safran-Herakles pour évaluer la probabilité d'initiation d'un propergol sous différents efforts mesurés. Les deux efforts, isolés pour l'évaluation de la probabilité d'initiation du propergol, sont les forces normale ( $F_N$ ) et tangentielle ( $F_T$ ). Ainsi, tous les matériaux énergétiques (explosifs et propergols), formulés par Herakles, sont étalonnés et/ou contrôlés avec les tests de sécurité suivants, avant leur fabrication au moyen du malaxeur baxis :

- Indice de Sensibilité au Frottement, ISF [1], [Annexe 1] ;
- Indice de Sensibilité à l'Impact, ISI [79].

Utilisés depuis une quarantaine par l'entreprise Herakles, ces tests constituent le savoir-faire du personnel technique. Il a donc été choisi de mettre à profit cet important retour d'expérience en utilisant le dispositif expérimental du test ISF, nommé Julius Peters. Celui-ci permet la sollicitation par cisaillement des propergols composites jusqu'à leur initiation.

### **II.1. Approche expérimentale de l'expertise tribologique de l'initiation d'un propergol**

#### **II.1.1. Principe du test d'Indice de Sensibilité au Frottement**

Ce test de sécurité pour matériaux énergétiques [1] est organisé en une série minimale de 30 essais de frottement. Un test présentant une initiation généralisée du propergol est déclaré positif. Cette initiation généralisée est matérialisée par l'une des quatre conséquences suivantes : une étincelle, une explosion, un dégagement de fumée, ou un changement de couleur et d'odeur. La série de 30 essais de frottement est nécessaire à la détermination de la force normale entraînant au moins 50% de résultats positifs du propergol.

Le traitement de ces résultats positifs se fait par la méthode statistique de Bruceton [Annexe 1]. Au cours de ce test de sécurité, la compression est appliquée au propergol par un pion en porcelaine à paroi hémisphérique rugueuse ( $R_a = 4 \mu\text{m}$ ). Cet effort normal,  $F_N$ , varie de 7,8 à 353 N. Le propergol est placé sur une plaquette en porcelaine de rugosité prédéfinie ( $R_a = 11 \mu\text{m}$ ). Le cisaillement du propergol est assuré par le mouvement d'aller-retour de la plaquette, de 10 mm d'amplitude, et d'une durée de 600 ms ( $V_{T \text{ moy}} = 33 \text{ mm/s}$ ).

### II.1.2. Le dispositif Julius Peters

Le test ISF utilise le dispositif Julius Peters pour appliquer les sollicitations tribologiques nécessaires à l'initiation du propergol (cf. Fig.II. 1-2) :

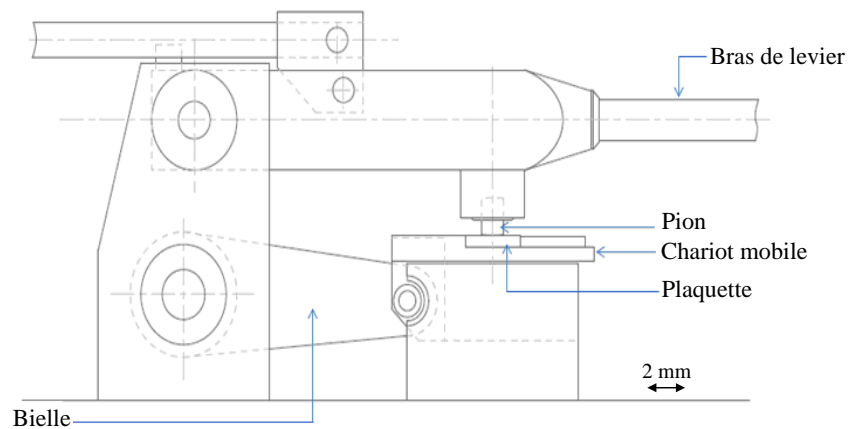


Figure II. 1 : schéma du dispositif Julius Peters

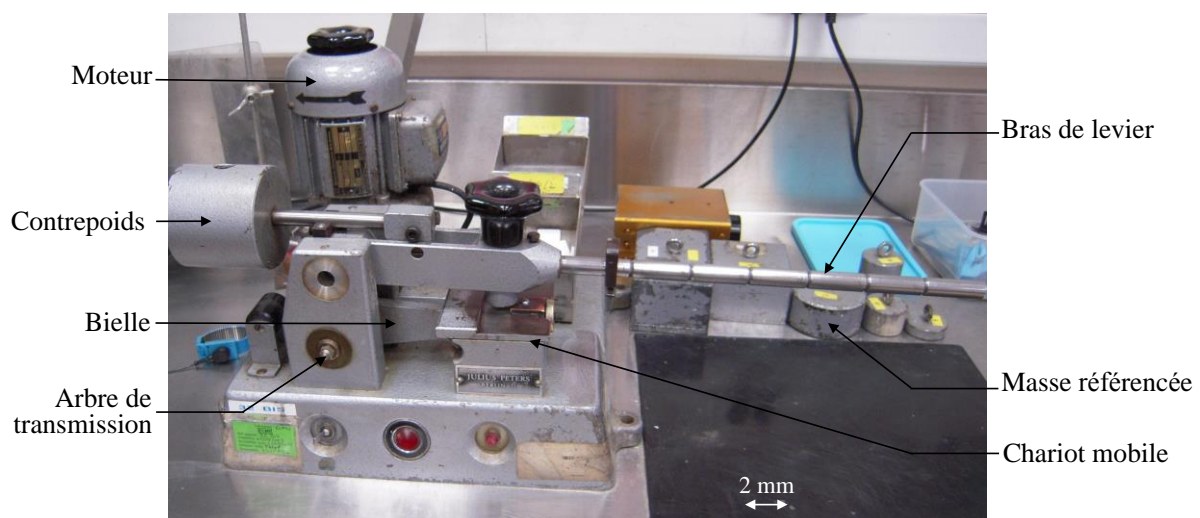


Figure II. 2 : réalité du dispositif Julius Peters

La force normale est appliquée par une masse référencée  $M$ , suspendue au bras de levier (cf. Fig.II. 2). Sur ce dernier, 6 crans sont disponibles pour modifier  $F_N$ , [1, Annexe 1].

Le cisaillement du propergol est rendu possible grâce au mouvement de translation du chariot mobile sur lequel est fixé la plaquette. La rotation de l'excentrique (cf. Fig.II. 3), en contact avec un pion-interrupteur (cf. Fig.II. 3a), assure la mise en mouvement et l'arrêt du système bielle-manivelle. En position basse, le pion-interrupteur ferme le circuit électrique du dispositif Julius Peters assurant le déplacement de la plaquette. En position haute, le pion-interrupteur ouvre ce circuit électrique stoppant le déplacement de la plaquette.

Les dimensions de l'excentrique sont les suivantes :  $R_{\text{disque}} = 44 \text{ mm}$  ;  $r_{\text{disque}} = 36 \text{ mm}$ .

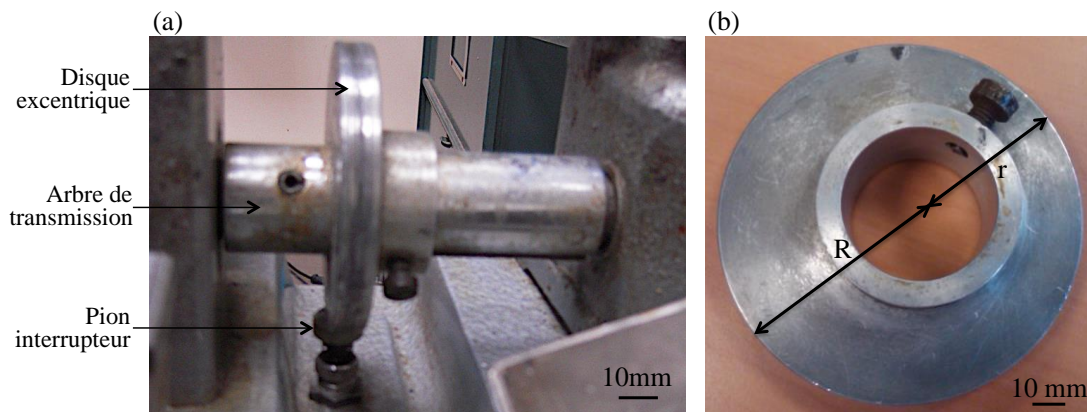


Figure II. 3 : (a) emplacement du disque excentrique sur le dispositif Julius Peters,  
(b) disque excentrique du dispositif Julius Peters

Dans le cadre du test ISF normalisé, trois échantillons de propergol sont placés sur la plaquette à l'aide d'un calibre de répartition (cf. Fig.II. 4a). La longueur de l'échantillon est de 15 mm, la largeur de 3 mm et son épaisseur de 0,4 mm (cf. Fig.II. 4b). Ceci permet d'obtenir un volume de  $18 \text{ mm}^3$  de propergol sollicité sur le dispositif Julius Peters.

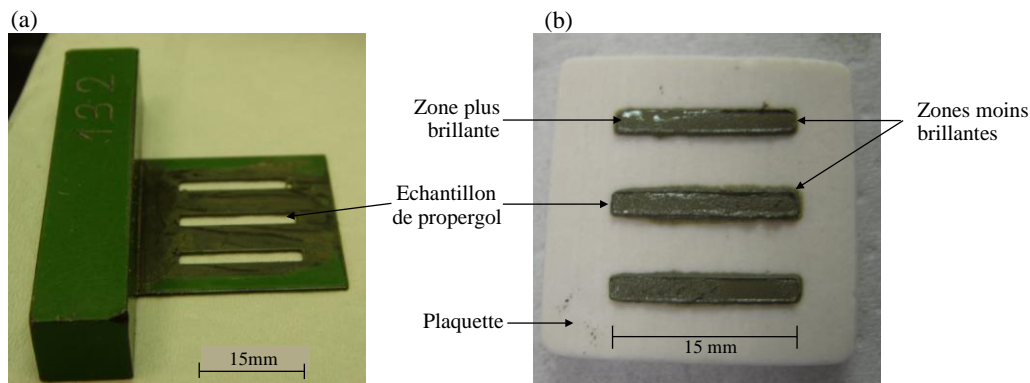


Figure II. 4 : (a) calibre de répartition, et  
(b) échantillons de propergol pour le test ISF normalisé

La reproductibilité entre les échantillons de propergol est mise en défaut. En effet, il est possible d'apercevoir des hétérogénéités à la surface des échantillons de propergol (cf. Fig.II. 4b). L'échantillon présente des zones « plus brillantes » que d'autres. Il en est déduit que les proportions en constituants fluides et solides de propergol ne sont pas constantes sur toute la longueur de l'échantillon. Il y a donc une inégalité de proportions en constituants dans le volume de propergol. Par conséquent, il existe une formulation effective de propergol testée sur le dispositif Julius Peters, différente de la formulation théorique du cahier des charges. Cela influence logiquement les conditions locales de contact entre le pion, le propergol et la plaquette. Ceci constitue le premier écart de reproductibilité des conditions de sollicitations du propergol, avant même que le test ISF ne commence. Cet écart concerne le troisième corps. Qu'en est-il de la reproductibilité des premiers corps utilisés lors du test ISF ?

### II.1.3. Les premiers corps utilisés pour le test ISF

#### *II.1.3.1. Premiers corps inférieurs*

Le premier corps inférieur est la plaquette en porcelaine (cf. Fig.II. 5), de géométrie parallélépipédique de 25 mm de longueur, de 20 mm de largeur et de 5 mm d'épaisseur. La surface de ce premier corps possède une rugosité de :  $R_{a1} = 11 \mu\text{m}$  [Annexe 1], et est orientée perpendiculairement à l'échantillon de propergol.

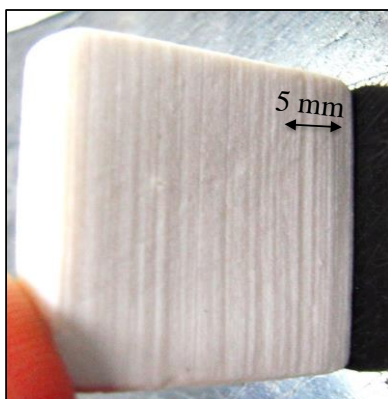


Figure II. 5 : plaquette en porcelaine

Le matériau constitutif de la plaquette est la porcelaine, de type barbotine [Annexe 2].



Le procédé de fabrication des plaquettes de porcelaine comporte une étape de cuisson après remplissage d'un moule avec une suspension de poudre de céramique. Cette cuisson donne lieu à une rétractation du matériau due à l'évaporation de l'eau de la suspension de poudre céramique. Par conséquent la micro-géométrie de la pièce est peu reproductible. Le matériau ainsi obtenu est poreux et fragile.

Pour s'en convaincre, voici les images obtenues par profilométrie en lumière blanche (AltiSurf©500) de trois plaquettes en porcelaine [80] (cf. Fig.II. 6).

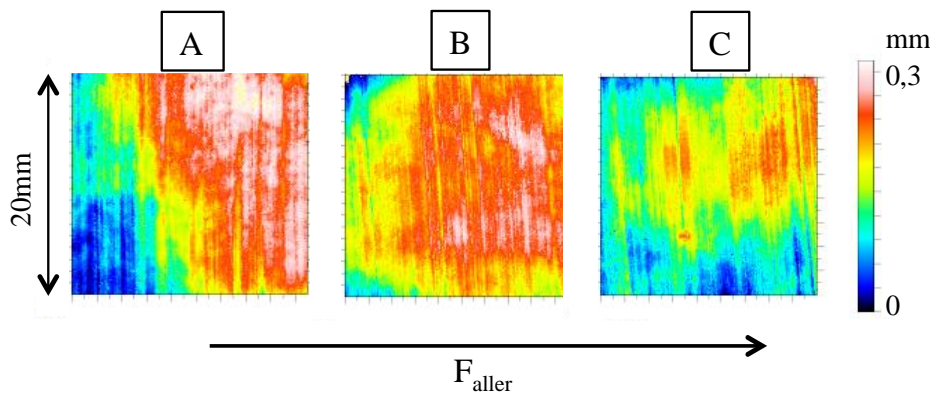


Figure II. 6 : images de trois plaquettes en porcelaine obtenues par profilométrie en lumière blanche

Une forte dispersion de planéité de surface est observée entre les plaquettes en porcelaine A, B et C (cf. Fig.II. 6). Ces dispersions géométriques sont un nouvel écart de reproductibilité puisqu'elles modifient les conditions locales de contact d'une plaquette en porcelaine à une autre, voire d'un échantillon de propergol à un autre. En effet, lorsque la plaquette en porcelaine présente un défaut de planéité de surface, dans le sens de sollicitation (cf. plaquette A Fig.II. 6), il y a augmentation de l'effort tangentiel mesuré,  $F_T$  (cf. Fig.II. 7).

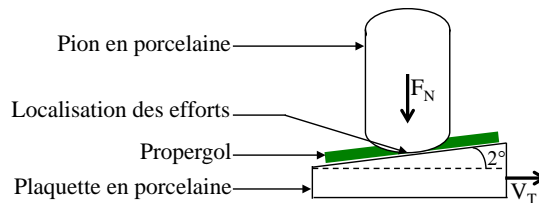


Figure II. 7 : principe de concentration des efforts locaux par défaut de planéité de surface de la plaquette en porcelaine

En plus de présenter cet écart de reproductibilité micro-géométrique, les plaquettes en porcelaine modifient également la proportion volumique en constituants fluides du propergol (cf. Fig.II. 8) :

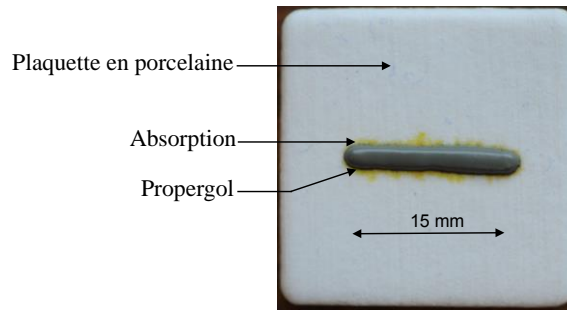


Figure II. 8 : absorption de constituants fluides par la plaquette en porcelaine

Les porosités ouvertes, présentes en surface des plaquettes en porcelaine, absorbent en partie les constituants fluides contenus dans le propergol. De fait, la formulation théorique du propergol n'est pas celle qui est effectivement sollicitée sur le dispositif Julius Peters. Ceci est un nouvel écart de reproductibilité des tests de frottement puisque la formulation effective du propergol dépend alors du nombre et de la taille des porosités ouvertes, présentes en surface des premiers corps.

#### II.1.3.2. Premiers corps supérieurs

Le premier corps supérieur est le pion en porcelaine (cf. Fig.II. 9).

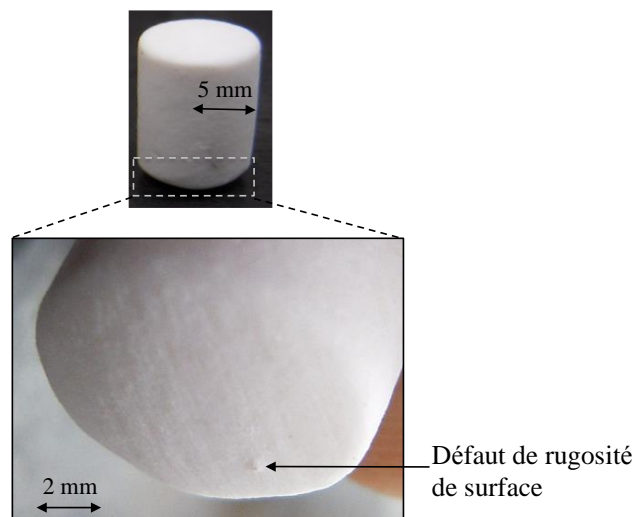


Figure II. 9 : pion en porcelaine

Ce premier corps est de géométrie cylindrique, à deux faces hémisphériques (10 mm de rayon de courbure), de 10 mm de diamètre et de longueur 15 mm. Les 2 faces hémisphériques présentent une rugosité de surface normalisée [Annexe 1] :  $R_a = 5 \mu\text{m}$ .

Le pion étant également en porcelaine de type barbotine, il présente le même genre de défauts que les plaquettes en porcelaine, Figure II. 9, à savoir une dispersion micro-géométrique perturbant les conditions locales de contact (cf. Fig.II. 7), avec par exemple des sommets de courbure des faces hémisphériques non reproductibles, des défauts de surface et une absorption des constituants fluides dans les porosités ouvertes.

Ci après, un schéma simplifié du dispositif Julius Peters avec les premiers corps en porcelaine (cf. Fig.II. 10) :

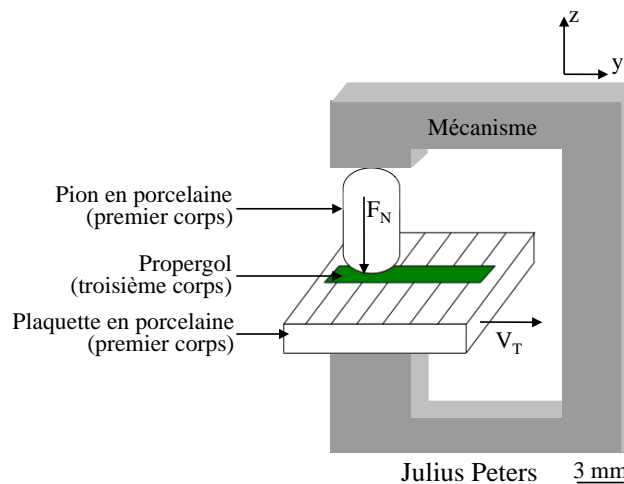


Figure II. 10 : schéma simplifié du dispositif Julius Peters

L'objectif étant d'étudier de manière reproductible les conditions tribologiques d'initiation d'un propergol, il est nécessaire d'usiner à la fois des premiers corps avec une micro-géométrie mieux contrôlée, imperméables aux constituants fluides, ainsi que pour lier les efforts nécessaires à l'initiation du propergol et les écoulements de troisième corps qui y sont associés.

### II.1.3.3. Instrumentation du dispositif Julius Peters

Dans un premier temps, pour être certain d'observer les premières conditions tribologiques menant à l'initiation du propergol, il faut obtenir un trajet unique de la plaquette. Ainsi, les analyses post-test porteront sur les écoulements internes de constituants, mais aussi, par exemple, les déformations granulaires entre autres. Pour ce faire, des modifications sont apportées au dispositif Julius Peters par l'ajout d'appareils de mesure et d'observation.

### II.1.3.3.1. Disque contacteur

La première modification concerne la géométrie du disque excentrique (cf. Fig.II. 11), disque commandant le système bielle-manivelle et le mouvement d’aller-retour du dispositif Julius Peters.

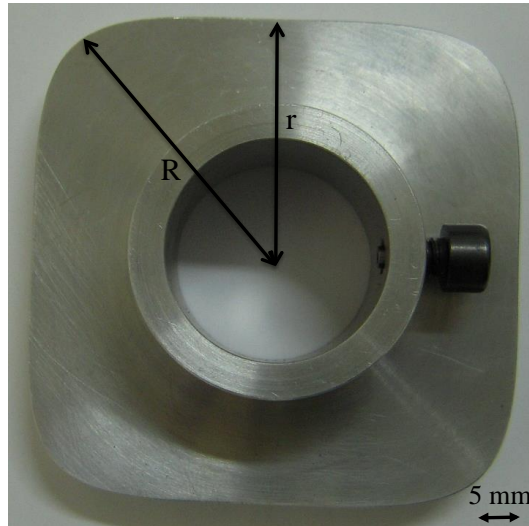


Figure II. 11 : disque contacteur ajouté au dispositif

Pour obtenir un trajet unique de la plaquette, un disque contacteur est spécialement conçu (cf. Fig.II. 11). Ce disque n’effectue que des demi-cycles de révolution de l’excentrique originel (cf. Fig.II. 3b). Ce disque contacteur présente donc des grandeurs caractéristiques équivalentes à l’excentrique, à savoir  $R_{\text{disque}} = 44 \text{ mm}$  et  $r_{\text{disque}} = 36 \text{ mm}$  (cf. Fig.II. 11).

### II.1.3.3.2. Capteur de force biaxial

Le capteur de force est un capteur piézoélectrique, donc très rigide, de la société KISTLER (référence 9 251 A). Il est adapté à une mesure dynamique des efforts et ne perturbe pas le mécanisme du fait de sa grande raideur. Il est inséré sous le premier corps inférieur pour mesurer les efforts subis ( $F_N$  et  $F_T$ ) par le propergol [Annexe 3]. Seuls ces deux efforts sont mesurés ; il est donc appelé capteur de force biaxial. Ainsi, il est possible de déterminer le facteur de frottement global ( $\mu = \frac{F_N}{F_T}$ ) subi par le propergol.

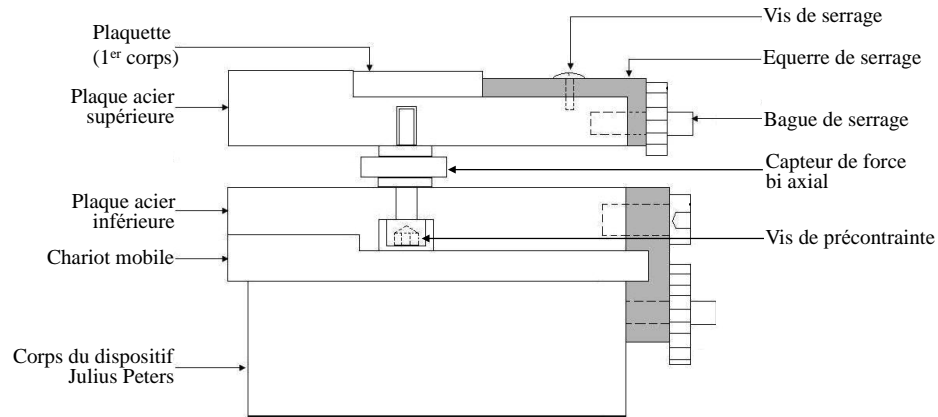


Figure II. 12 : montage du capteur de force bi-axial sur le dispositif

L'insertion de ce capteur de force nécessite l'adaptation du dispositif Julius Peters, Figure II.12 (conception de deux plaques en acier pour le capteur de force biaxial).

#### II.1.3.3.3. Camera infrarouge à haute vitesse d'acquisition

La camera à haute vitesse d'enregistrement du rayonnement infrarouge SC7500© (cf. Fig.II. 13), de la société FLIR Systems [81], est utilisée pour enregistrer les initiations généralisées, ainsi que les variations de température intervenant au niveau de l'aire de contact, lors de la sollicitation en frottement du propergol. La résolution est de 160 x 128 pixels pour une fréquence d'acquisition de 1200 Hz. Un objectif « microscope » (grossissement x3) est installé sur la camera pour obtenir un champ d'observation de 9,6 x 7,6 mm en pleine résolution. Un capteur photovoltaïque en Indium Antimoine (InSb) permet la détection du rayonnement incident de longueurs d'onde comprises entre 1,5 et 5,1  $\mu\text{m}$ . La distance focale de cet ensemble optique est de 280 mm.

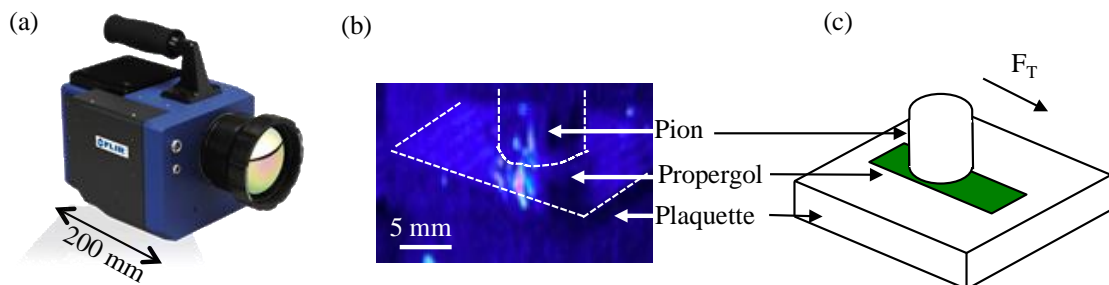


Figure II. 13 : (a) camera FLIR SC7500 à enregistrement rapide du rayonnement infrarouge, (b) exemple d'acquisition de la camera FLIR SC7500 et (c) schéma de la zone d'observation obtenue avec la camera FLIR SC7500

#### II.1.3.3.4. Camera visible à haute vitesse d'acquisition

La camera à haute vitesse d'enregistrement du rayonnement visible V710 (cf. Fig.II. 14) de la société VISIONRESEARCH [82], est utilisée pour enregistrer les initiations généralisées du propergol, apparaissant dans l'aire de contact lors de sa sollicitation. La fréquence d'acquisition utilisée est de 10 000 Hz, la résolution est de 512 x 384 pixels et le temps d'exposition est de 50 microsecondes. L'objectif utilisé a une focale 50 mm.

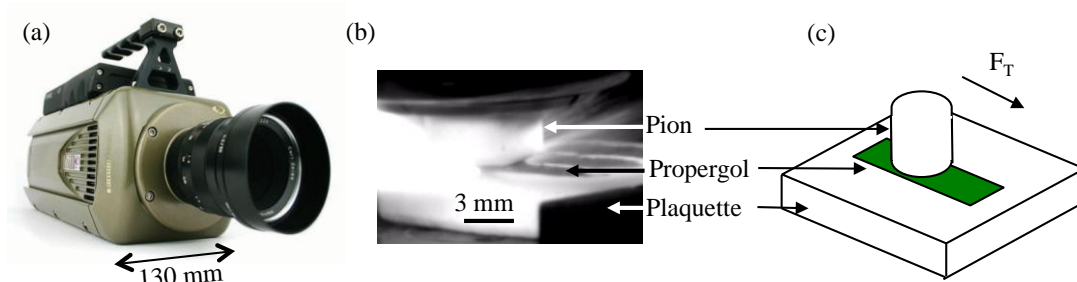


Figure II. 14 : (a) camera Phantom V710 à enregistrement rapide du rayonnement visible, (b) exemple d'acquisition de la camera Phantom V710 et (c) schéma de la zone d'observation obtenue avec la camera FLIR SC75000

#### II.1.3.3.5. Miroir dichroïque

Un miroir dichroïque est installé sur le dispositif expérimental pour séparer le rayonnement infrarouge du rayonnement visible. Ainsi pour un même test de frottement, les initiations généralisées du propergol sont enregistrées pour les deux rayonnements. Seulement, les performances du miroir dichroïque de la société CVI Melles Griot [Annexe 4] (cf. Fig.II. 15), étant optimales lorsque celui-ci est placé au dessus de la zone à observer avec un angle de 45°, un logement cylindrique est spécifiquement conçu pour garantir la bonne mise en place du miroir.

Le miroir dichroïque est un disque de 50 mm de diamètre, transmettant 85% du rayonnement infrarouge incident - de longueurs d'onde comprises entre 3 et 12  $\mu\text{m}$ , et réfléchissant 85% du rayonnement visible incident - de longueurs d'onde comprises entre 0,4 et 0,7  $\mu\text{m}$ .

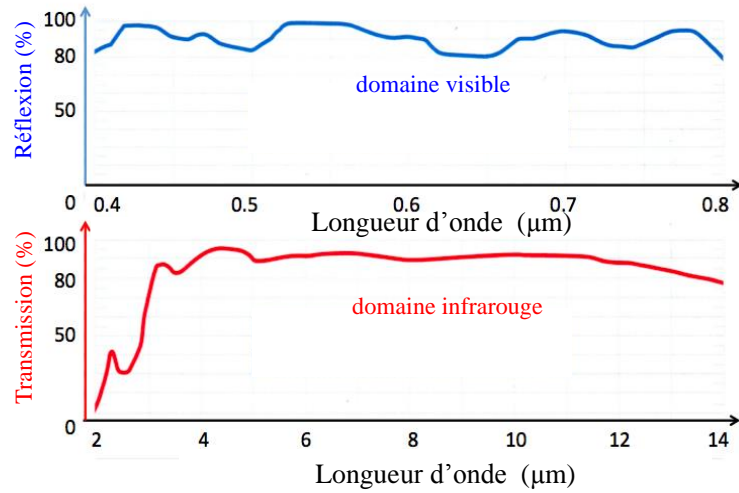


Figure II. 15 : propriétés optiques du miroir dichroïque de CVI Melles Griot

Par l'ajout de ces différents capteurs, caméras et miroir, le dispositif expérimental est alors appelé dispositif Tribome (cf. Fig.II. 16-17) :

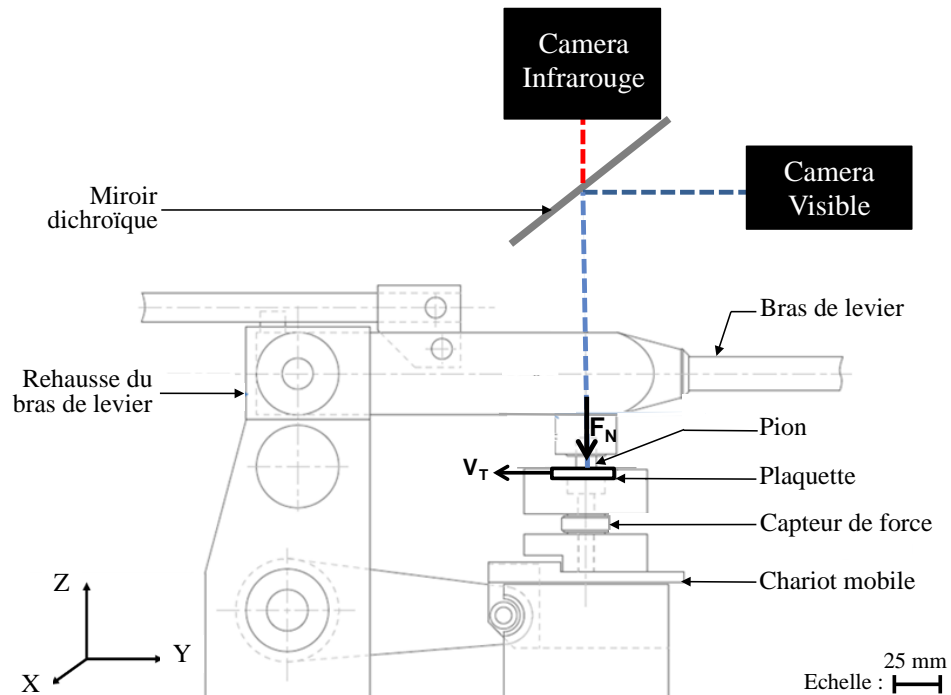


Figure II. 16 : schéma du dispositif Tribome



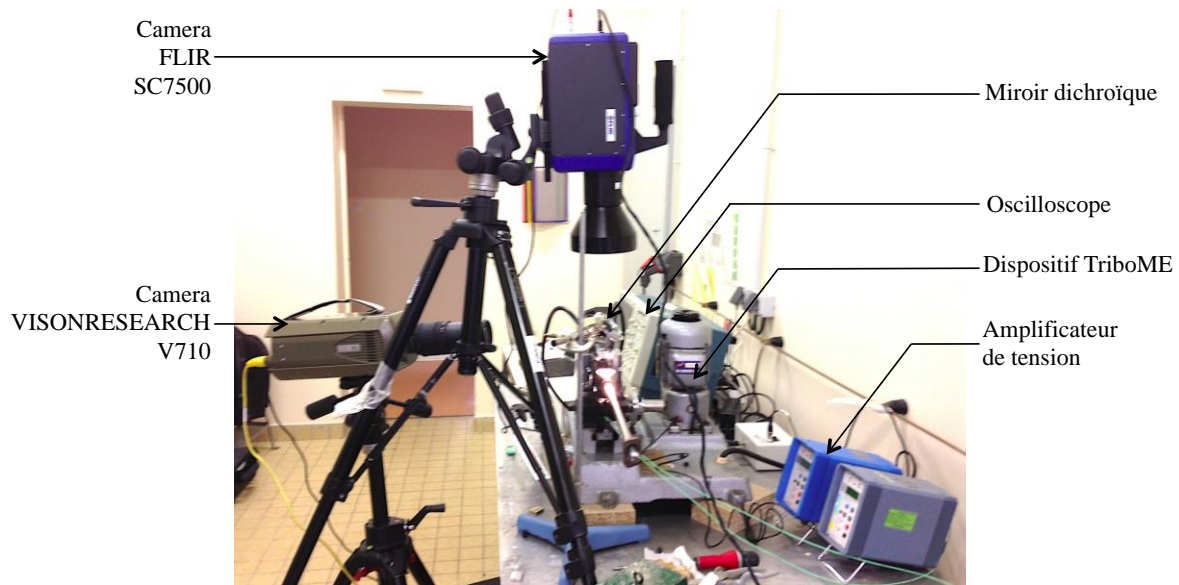


Figure II. 17 : dispositif Tribome et sa chaîne d'acquisition

La chaîne d'acquisition complète du dispositif expérimental est composée d'un oscilloscope pour visualiser les efforts tangentiel et normal appliqués, de deux amplificateurs de tension, d'un générateur de tension et d'un ordinateur portable pour la sauvegarde des films des rayonnements visible et infrarouge.

Sont introduits, dans ce dispositif Tribome, des premiers corps modèles à la microrugosité de surface reproductible, équivalente à celle des premiers corps en porcelaine ( $R_{a1} = 11 \mu\text{m}$ ) et imperméables aux constituants fluides. Les matériaux constitutifs choisis sont l'acier nitruré, l'alliage cupro-aluminium et le saphir. En effet, ces trois matériaux ont été sélectionnés car l'acier nitruré et l'alliage cupro-aluminium entrent dans la composition des pièces mécaniques contenues dans le malaxeur bavis (cf. Chapitre I), et le saphir ( $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$ ), de par sa transparence aux rayonnements infrarouge et visible, permet l'observation directe de l'aire de contact.



### II.1.3.3.6. Premiers corps modèles

Pour étudier l'influence des premiers corps dans le scénario d'initiation du propergol, trois rugosités de surface ont été choisies :

- une rugosité de surface identique à celle imposée par la norme NF-T-70-503 [1] du test ISF, à savoir  $R_{a1} = 11 \mu\text{m}$ , orientée perpendiculairement au propergol ;
- une rugosité de surface identique à celle présente à la surface des pièces du malaxeur bimis, à savoir  $R_{a2} = 4 \mu\text{m}$  ;
- une rugosité de surface propre au pion en saphir, à savoir  $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$ , ce dernier servant à l'observation in-situ de l'aire de contact [Annexe 5], la rugosité de ses faces optiques est aussi faible que possible (finition « poli-miroir ») pour ne pas perturber le signal optique.

Les propriétés mécaniques des matériaux constitutifs de ces premiers corps modèles sont synthétisées dans le tableau 1.

Matériaux	Dureté Knoop HK [83,84]	Module d'élasticité (GPa)	Résistance Compression (MPa)
Porcelaine	550	72	700
Acier nitruré	800	210	1200
Alliage cupro-aluminium	153	125	950
Saphir	2200	400	2000

Tableau 1 : propriétés mécaniques des matériaux constitutifs des premiers corps

Les premiers corps modèles sont présentés sur la Figure II. 18 :

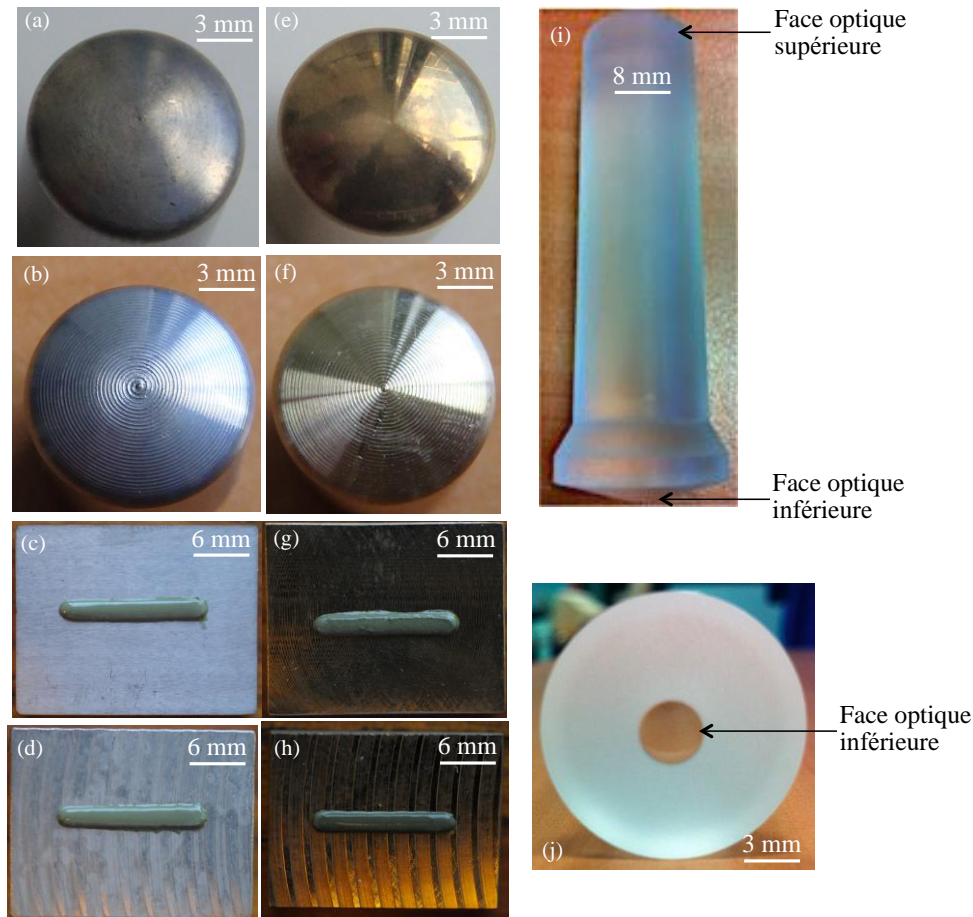


Figure II. 18 : premiers corps modèles : (a) pion en acier nitruré  $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$ , (b) pion en acier nitruré  $R_{a2} = 4 \mu\text{m}$ , (c) plaquette en acier nitruré  $R_{a2} = 4 \mu\text{m}$ , (d) plaquette en acier nitruré  $R_{a1} = 11 \mu\text{m}$ , (e) pion en alliage cupro-aluminium  $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$ , (f) pion en alliage cupro-aluminium  $R_{a2} = 4 \mu\text{m}$ , (g) plaquette en alliage cupro-aluminium  $R_{a2} = 4 \mu\text{m}$ , (h) plaquette en alliage cupro-aluminium  $R_{a1} = 11 \mu\text{m}$ , (i) vue de coté du pion en saphir  $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$ , et (j) face optique inférieure du pion en saphir  $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$

#### II.1.3.4. Triplets de matériaux utilisés dans le dispositif Tribome

Les quatre triplets de matériaux suivants, aux rugosités de surface diverses, ont été retenus pour notre étude, car ceux-ci représentent une quarantaine d'années de retour d'expérience sur les matériaux énergétiques pour le triplet 1, des conditions de sollicitation du propergol plus proches de celles rencontrées dans un malaxeur baxis pour les triplets 2 et 3 (même nature de matériaux) et les modifications nécessairement réalisables pour l'observation des initiations généralisées et localisées du propergol pour le triplet 4:

- Triplet 1 - Pion en porcelaine / Propergol / Plaquette en porcelaine ;
- Triplet 2 - Pion en acier nitruré / Propergol / Plaquette en acier nitruré ;
- Triplet 3 - Pion en alliage cupro-aluminium / Propergol / Plaquette en acier nitruré ;
- Triplet 4 - Pion en saphir / Propergol / Plaquette en porcelaine.

Ces premiers corps modèles étant de nature et de géométrie différentes, les conditions de contact dans ces triplets sont également différentes. Pour définir les conditions de contact théoriques pour chacun des triplets de matériaux, les pressions de Hertz ont été calculées si l'aire de contact,  $a$ , est donnée par la formule (1.1). Les pressions de Hertz sont calculées pour une aire de contact entre des premiers corps élastiques ne possédant aucune rugosité de surface. Or dans notre étude, les premiers corps des triplets de matériaux ont une rugosité de surface ( $R_{a1}$ ,  $R_{a2}$  et  $R_{a3}$ ) non négligeable et un troisième corps est introduit dans le contact. Les sommets de rugosités de surface ont tendance à localiser les efforts appliqués par les premiers corps, réduisant de fait l'aire de contact réelle entre les premiers corps. Ces efforts locaux se révèlent être bien plus élevés que l'effort global calculé pour les premiers corps. De plus, le troisième corps aura lui plutôt tendance à remplir ces rugosités de surface des premiers corps, et à accommoder les efforts transmis entre les premiers corps. Par conséquent, les pressions de Hertz [85] calculées ne représentent pas les conditions de contact réelles, mais indiquent, les conditions de contact théoriques. Ces pressions calculées permettent une comparaison qualitative des conditions de contact théoriques.

Pour un contact de type sphère-plan entre la face hémisphérique du pion et la plaquette parfaitement lisses :

$$a = \left( \frac{3 F_N R^*}{4 E^*} \right)^{\frac{1}{3}}, \quad (1.1)$$

avec  $F_N$ , la force normale appliquée sur le pion,  $R^*$ , le rayon équivalent et  $E^*$  le module d'Young équivalent, données respectivement par les formules 1.2 et 1.3 :

$$R^* = \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2}, \quad (1.2)$$

$$E^* = \left( \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} - \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \right). \quad (1.3)$$

Alors il est possible de calculer la pression maximale théorique subie par le propergol, au centre du contact de chaque triplet de matériaux, grâce à la formule (1.4) :

$$P_{\max} = \frac{3 F_N}{2 \pi a^2},$$

ou encore

$$P_{\max} = \frac{3}{2\pi} (F_N^{\frac{1}{2}}) \left( \frac{4E^*}{3R^*} \right)^{\frac{3}{2}}. \quad (1.4)$$

Le contact entre les plaquettes et les pions en acier nitruré, en alliage cupro-aluminium et en porcelaine, est de type sphère/plan. Le contact entre les différentes plaquettes et le pion en saphir, est de type plan/plan. Ces différences de géométrie de contact influencent directement les conditions de contact, en particulier la pression de contact théorique,  $P_{\text{Hertz}}$  (cf. Tableau 2). Ce sont pour ces raisons que le triplet 2 présente des pressions de contact théoriques ( $P_{\text{Hertz moy}}$  et  $P_{\text{Hertz max}}$ ) les plus élevées parmi les triplets de matériaux étudiés, alors que le triplet 4 présente les plus faibles.

En comparant plus finement les triplets de matériaux entre eux, par exemple le triplet 1 imposé par la norme NF-T-70-503 [1] et les triplets 2 et 3 « nouvellement » introduits pour cette étude, les pressions de contact théoriques des triplets 1 et 2 diffèrent à cause des propriétés des premiers corps. En effet, la dureté des premiers corps en acier nitruré étant supérieure à celle des premiers corps en porcelaine, la profondeur d'indentation ( $\delta$ ) du triplet 2 est plus faible que pour le triplet 1, ce qui diminue l'aire de contact du triplet 2, et donc localise la pression de contact.

Il en va de même pour la différence de pressions de contact entre les triplets 1 et 3.

Pour les interprétations des phénomènes observés (initiations du propergol, écoulements internes des constituants du propergol), il faudra garder à l'esprit qu'avec les mêmes charge normale et vitesse tangentielle, les conditions de contact entre les triplets ne sont pas identiques, à cause de ces différences de pressions locales de contact (duretés des matériaux utilisés) et de la géométrie de l'aire de contact. Cependant, si les mêmes écoulements de constituants sont observés, avec les mêmes conséquences pour le propergol (initiations), alors il pourra être déduit que ces débits internes observés sont des caractéristiques du comportement sous sollicitations tribologiques du propergol.

Les premiers corps de ces trois triplets de matériaux ont les mêmes géométries (les pions sont de géométrie cylindriques et les plaquettes sont de géométries parallélépipédiques). Les largeurs maximales de contact entre les premiers corps de ces triplets, si nous considérons les aire de contact elliptiques avec  $L$  correspondant au grand diamètre de cette ellipse, sont notées

$l_{\text{triplet } 1}$ ,  $l_{\text{triplet } 2}$ , et  $l_{\text{triplet } 3}$ . Il n'est donc pas surprenant d'obtenir des largeurs de contact relativement équivalentes pour les trois premiers triplets de matériaux ( $l_{\text{triplet } 1} = 0,3 \text{ mm}$  et  $l_{\text{triplet } 2} = l_{\text{triplet } 3} = 0,2 \text{ mm}$ ).

Triplets de matériaux			1	2	3	4
Premiers corps	Pion	Nature de matériaux	Porcelaine	Acier nitruré	Alliage cupro-aluminium	Saphir
		Coefficient de Poisson (ν)	0,20	0,29	0,35	0,26
		R (mm)	5	5	5	1,8
		Rc (mm)	10	10	10	Inf.
		Rugosité (μm)	4	4	4	0,4
	Plaquette	Nature de matériaux	Porcelaine	Acier nitruré	Acier nitruré	Porcelaine
		Longueur (mm)	25	25	25	25
		Largeur (mm)	25	15	15	25
		Rugosité (μm)	11	11	4	11
Troisième corps			Propergol			
Diamètre de contact D (mm)			0,3	0,2	0,2	3,9
P <sub>Hertz</sub> moy (GPa) sans troisième corps			1	2,2	1,8	0,2
P <sub>Hertz</sub> max (GPa) sans troisième corps			1,6	3,3	2,7	0,3
V <sub>Y</sub> moy (mm/s)			40			
Paramètres communs	A <sub>Y</sub> max (mm/s2)		440			
	t cycle (ms)		300			
	F <sub>Z</sub> (N)		353			
	Longueur de la trace de frottement (mm)		10			
	T (°C)		20			
	P (atm)		1			

Tableau 2 : synthèse des conditions de contact pour les différents triplets de matériaux

En ce qui concerne le triplet 4, celui-ci présente une pression de contact théorique bien plus faible que les 3 autres triplets de matériaux, et une largeur de contact ( $l_{\text{triplet } 4} = 3,9 \text{ mm}$ ) également plus élevée. La différence de pression de contact qui en résulte s'explique justement par cette géométrie de contact.

En effet, comme énoncé précédemment, le pion en saphir possédant une face optique inférieure plane et circulaire (cf. Fig.II. 18), le contact entre le pion en saphir et la plaquette en porcelaine n'est pas de type sphère/plan mais de type plan-plan.

De plus, cette face optique du pion en saphir a une rugosité de surface de  $0,4 \mu\text{m}$  ( $R_{a3}$ ), qui est très inférieure à celle de la plaquette en porcelaine ( $R_{a1} = 11 \mu\text{m}$ ). Le contact entre les sommets de rugosités des deux parois de premiers corps est moins probable que pour les trois autres triplets de matériaux. Par conséquent, la pression de contact est moins localisée entre ces premiers corps et est donc plus faible.

Avec l'objectif de simuler expérimentalement, à plus petite échelle, les conditions tribologiques pouvant mener à l'initiation du propergol dans la zone de malaxage du malaxeur bivis, il était important de déterminer les conditions théoriques de sollicitation que l'on mettait en jeu sur le dispositif TriboME. L'exploitation des résultats de l'instrumentation des essais de frottement (capteur de force et cameras visible et infrarouge), permettant d'approcher les conditions thermiques et mécaniques locales nécessaires à l'initiation d'un propergol par frottement, est alors réalisée.

#### II.1.4. Etude thermique et mécanique de l'initiation du propergol sous sollicitations tribologiques de premiers corps poreux et rugueux

Grâce au capteur de force biaxial situé sous la plaquette et aux cameras à enregistrements rapides des rayonnements infrarouge et visible, les conditions de contact macroscopiques et l'évolution de la température de la trace de frottement sont observables. La température initiale du test de frottement est la température ambiante, à savoir  $20^{\circ}\text{C}$ .

Ainsi, pour le triplet 1 (Pion en porcelaine / Propergol / Plaquette en porcelaine), une initiation du propergol est constatée après 15 ms de sollicitation, sur les images enregistrées par la camera à enregistrement rapide du rayonnement visible (cf. Fig.II. 19-20).

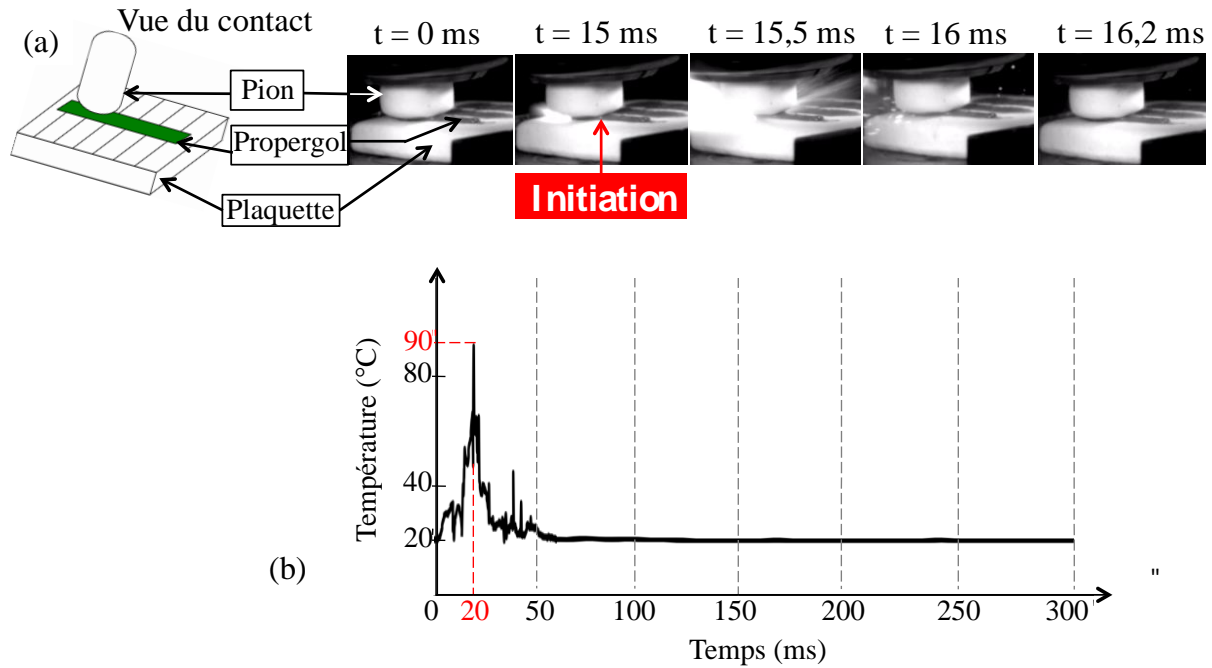


Figure II. 19 : (a) rayonnement visible du triplet 1 lors de l'initiation du propergol sous conditions tribologiques, et (b) évolution de la température du triplet 1 lors de l'initiation du propergol sous conditions tribologiques

Les mesures de la température de trace de frottement sont à interpréter avec précaution car d'une part, elles sont effectuées en dehors de l'aire de contact, et d'autre part, nous ne connaissons pas la radiation infrarouge du propergol, appelée émissivité [86]. Cependant, nous pouvons tout de même effectuer une étude thermique comparative de la trace de frottement. Ainsi, l'initiation du propergol est observé sur la camera visible 5 ms avant que la camera infrarouge n'enregistre une hausse de température s'élevant jusqu'à 90°C. Nous pouvons en déduire que ce pic de température mesuré correspond à la température des constituants éjectés en dehors de la trace de frottement, et non à une mesure directe de la température de la trace de frottement. Par conséquent, pour ce cas-ci, la température mesurée par la camera infrarouge est la température du champ d'observation et non pas celle de la trace de frottement.

Après l'initiation du propergol, la température du champ d'observation est équivalente à la température initiale, avant l'essai de frottement. La sollicitation en frottement n'aurait donc que peu d'influence sur la hausse significative de la température dans la trace de frottement.

Afin de vérifier cette influence négligeable du frottement sur la hausse de température du propergol, un essai de frottement comparatif a été réalisé, avec les mêmes premiers corps que ceux du triplet 1 mais sans propergol introduit dans le contact. L'estimation de l'élévation de température de la trace de frottement n'excède pas 5°C (cf. Fig.II. 20).

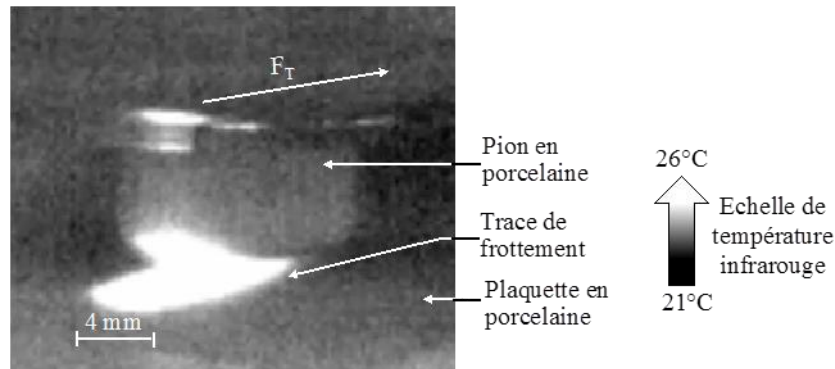


Figure II. 20 : Estimation de l'échauffement de la trace de frottement, sans propergol, pour le triplet 1

Ainsi, il est déduit de cet essai que le frottement entre les premiers corps n'est pas suffisant pour générer une augmentation significative de la température du propergol, sur le dispositif Tribome.

Pour affiner cette analyse, il est possible d'étudier l'évolution des forces tangentielle et normale, ainsi que le facteur de frottement,  $\mu = \frac{F_T}{F_N}$ , déduit pour le triplet 1.

Le facteur de frottement  $\mu$ , ainsi que  $F_N$  et  $F_T$ , subissent de plus fortes variations entre 10 et 150 ms de sollicitation qu'entre 150 et 300 ms (cf. Fig.II. 21). En outre, il est utile de rappeler que l'initiation du propergol a toujours lieu entre 10 et 15 ms pour le triplet 1 (cf. Fig.II. 20). Par conséquent, le scénario d'initiation du propergol n'est pas directement imputable à la valeur du facteur de frottement macroscopique. En effet, dans la zone d'initiation, entre 10 et 15 ms, ce dernier est égal à 0,17, alors qu'il atteint sa valeur maximale ( $\mu_{\max \text{ triplet 1}} = 0,3$ ) à 110 ms (cf. Fig.II. 21).



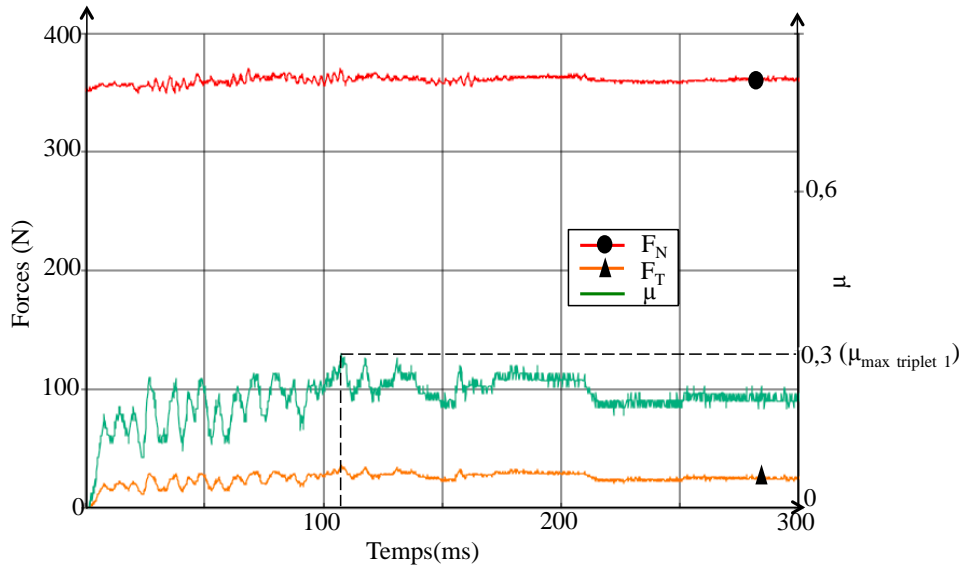


Figure II. 21 : évolutions des forces normale et tangentielle, et du facteur de frottement du triplet 1

On peut se demander pour quelles raisons des oscillations sont observées pour les courbes d'évolution des forces normale et tangentielle, et du facteur de frottement macroscopique. Pour y répondre, intéressons nous au mécanisme pour déterminer si ces oscillations de signaux sont une caractéristique du dispositif Tribome.

Une masse référencée est suspendue sur le bras de levier pour appliquer la force normale  $F_N$  sur le pion. La fréquence d'oscillation de cette masse référencée est de 14 Hz. Or les fréquences d'oscillations des courbes d'efforts sont égales à :

- $f(F_N) = \frac{1}{T(F_N)} = \frac{1}{0,0047} = 212 \text{ Hz},$
- $f(F_T) = \frac{1}{T(F_T)} = \frac{1}{0,0094} = 106 \text{ Hz},$
- $f(\mu) = \frac{1}{T(\mu)} = \frac{1}{0,0133} = 75 \text{ Hz}.$

Les fréquences d'oscillations  $f(F_N)$ ,  $f(F_T)$  et  $f(\mu)$ , ne sont pas dues à l'oscillation de la masse référencée, suspendue sur le bras de levier. Pour ce qui est du mécanisme, ces oscillations de signaux peuvent être dues au moteur d'entraînement du système bielle/manivelle permettant le mouvement de translation de la plaquette ou du guidage du chariot mobile sur lequel est fixée la plaquette. Or l'initiation du propergol ayant été observée avec d'autres tribomètres que le dispositif Tribome [10-11], qui possèdent leurs propres signatures vibratoires, celle-ci est donc indépendante de ces différents éléments du mécanisme.

En revanche, la rugosité de surface des premiers corps, en particulier celle de la plaquette en porcelaine ( $R_{a1} = 11 \mu\text{m}$ ) qui est plus importante que celle du pion en porcelaine ( $R_{a2} = 4 \mu\text{m}$ ), peuvent jouer un rôle dans cette initiation, puisque les stries peuvent servir de « réservoir à troisième corps » [87] en le retenant pendant la sollicitation en frottement. Ces stries peuvent donc influencer l'écoulement du propergol pendant l'essai de frottement.

La surface de la plaquette en porcelaine présente en moyenne 25 stries sur la totalité de sa longueur, soit une moyenne d'une strie tous les millimètres ( $d_{\text{strie}} = 1 \text{ mm}$ ). Les fréquences d'oscillations des courbes d'efforts étant connues ( $f(F_N)$ ,  $f(F_T)$  et  $f(\mu)$ ), et la vitesse moyenne de déplacement de la plaquette étant de 40 mm/s, chaque oscillation correspond à une distance parcourue de la plaquette d'environ :

$$d(F_N) = 0,18 \text{ mm}, d(F_T) = 0,38 \text{ mm et } d(\mu) = 0,53 \text{ mm}.$$

Ces oscillations de signaux ne sont donc pas directement dues à la rugosité de la plaquette en porcelaine, mais peut être à la microrugosité de ces stries, plus faible que celle de la plaquette en porcelaine. En tout cas, les premiers corps n'influencent pas directement les oscillations de signaux des efforts mesurés ( $F_N$  et  $F_T$ ) et calculé ( $\mu$ ). Par contre, ces oscillations de facteur de frottement peuvent être dues aux variations d'écoulement du troisième corps dans l'aire de contact ; ces variations pouvant générer une initiation du propergol.

Pour s'en convaincre, nous avons vu précédemment (cf. II.1.2. et II.1.3.1.) qu'avant même le début de l'essai de frottement, deux phénomènes interviennent dans le volume de propergol :

- une inégalité de répartition des constituants du propergol sur la longueur de l'échantillon (cf. Fig.II. 4), due au mode d'application de l'échantillon de propergol sur la plaquette
- une absorption des constituants fluides dans le volume des premiers corps en porcelaine (cf. Fig.II. 8) due à la nature poreuse des premiers corps.

Ce deuxième phénomène provoque un assèchement du propergol avant l'essai. Ceci peut donc expliquer l'initiation après seulement 15 ms de sollicitation du propergol dans le triplet 1 (cf. Fig.II. 19a), et constituer une première mise en évidence du rôle du débit de constituants fluides lorsque celui-ci est éjecté en dehors de l'interface premiers corps/troisième corps. Ce débit particulier est noté  $^3Q_e^{\text{fluide}}$ . Cette éjection des constituants fluides peut augmenter la probabilité d'initiation du propergol [88], sans influence directe de l'élévation de température ou du facteur de frottement.

Pour confirmer ces premières hypothèses de scénario d'initiation du propergol, il est nécessaire d'utiliser les premiers corps à micro-géométrie plus contrôlée et imperméables aux constituants fluides. Ces premiers corps sont constitutifs des triplets 2 et 3.

#### II.1.5. Etude thermique et mécanique de l'initiation du propergol sous sollicitations tribologiques de premiers corps non poreux, rugueux ( $R_a = 11 \mu\text{m}$ ) et peu rugueux ( $R_a = 4 \mu\text{m}$ )

Les premiers corps des triplets 2 (pion et plaquette en acier nitruré) et 3 (pion en alliage cupro-aluminium et plaquette en acier nitruré) sont utilisés pour étudier l'influence de premiers corps moins rugueux et moins poreux que ceux du triplet 1, sur l'initiation du propergol. Les mêmes phénomènes thermiques, à savoir des initiations du propergol, étant observés pour ces deux triplets de matériaux, seuls ceux du triplet 2 sont présentés ici (cf. Fig.II. 22).

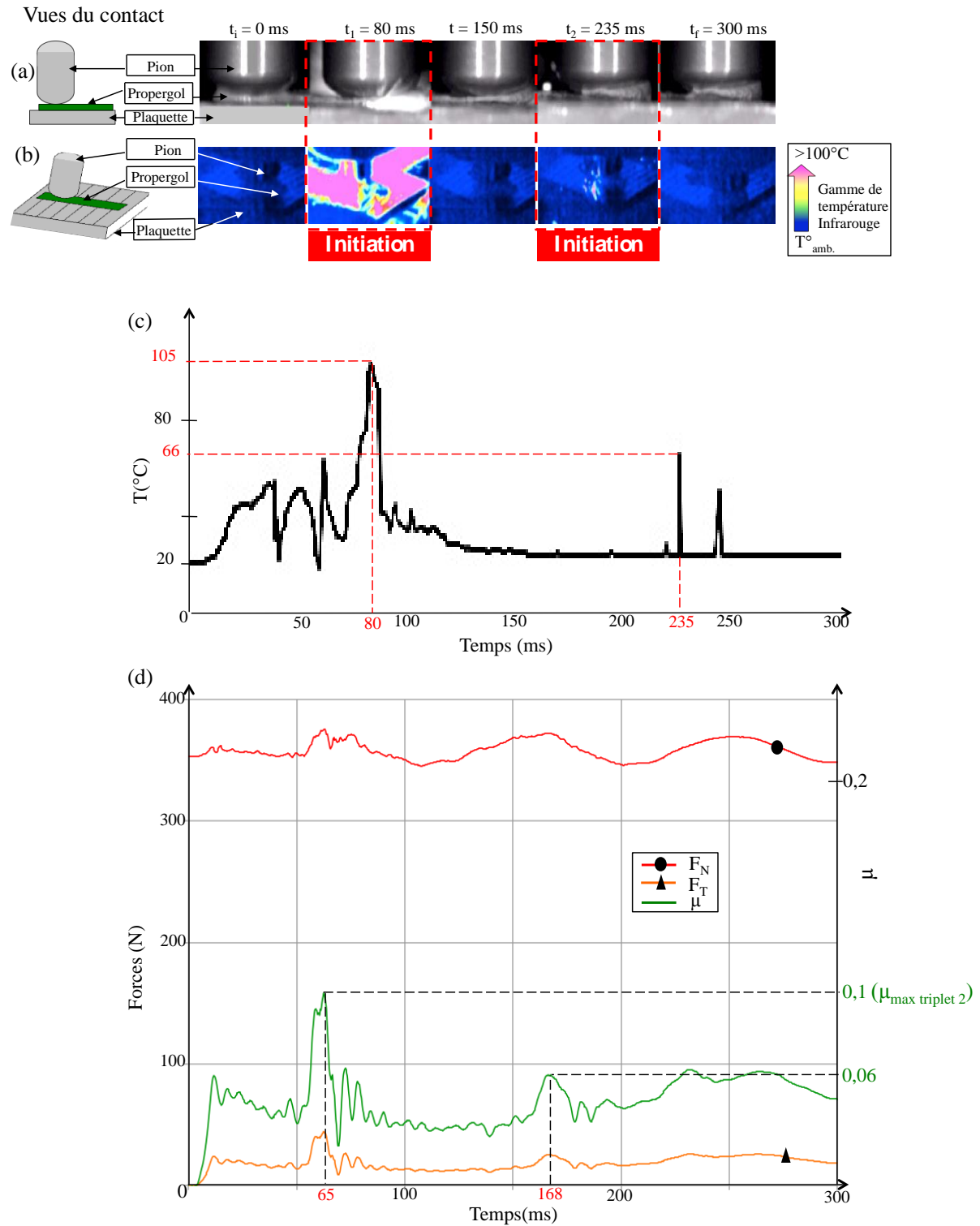


Figure II. 22 : rayonnements visible (a) et infrarouge (b) du triplet 2 lors de l'initiation du propergol sous sollicitations tribologiques, (c) évolution de la température lors de l'initiation du propergol sous conditions tribologiques du triplet 2, (d) évolution des forces normale et tangentielle, et du facteur de frottement du triplet 2

Deux initiations du propergol sont observées : l'une à 80 ms et l'autre à 235 ms pour le triplet 2 (cf. Fig.II. 22), avec respectivement pour valeurs de facteur de frottement 0,1 et 0,06. Ainsi, ces résultats montrent que, d'une part, le propergol peut s'initier par frottement avec des premiers corps métalliques, représentatifs des matériaux du malaxeur bivis, et d'autre part, que cette initiation a lieu pour un facteur de frottement maximal bien plus faible que celui mesuré pour le triplet 1 ( $\mu_{\max \text{ triplet } 2} < \mu_{\max \text{ triplet } 1}$ , cf. II.1.4).

On en déduit que l'initiation du propergol ne dépend pas de la nature des matériaux des premiers corps ni de la valeur absolue du facteur de frottement. Ces initiations du propergol ayant eu lieu au niveau de l'aire de contact entre les premiers corps et le troisième corps, l'étude mécanique et thermique des sollicitations mises en jeu par le triplet 4 prend tout son sens, puisque le premier corps supérieur est en saphir (cf. Fig.II. 18), rendant possible l'observation de cette aire de contact.

#### II.1.6. Etude thermique et mécanique de l'initiation du propergol sous sollicitations tribologiques de premiers corps non poreux, rugueux ( $R_a = 11 \mu\text{m}$ ) et très peu rugueux ( $R_a = 0,4 \mu\text{m}$ )

L'utilisation du pion saphir, dans le triplet 4, présente le double intérêt de pouvoir étudier l'amorçabilité du propergol avec un premier corps très peu rugueux ( $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$ ) d'une part, et de rendre possible l'observation de l'aire de contact à travers ses deux faces optiques, d'autre part.

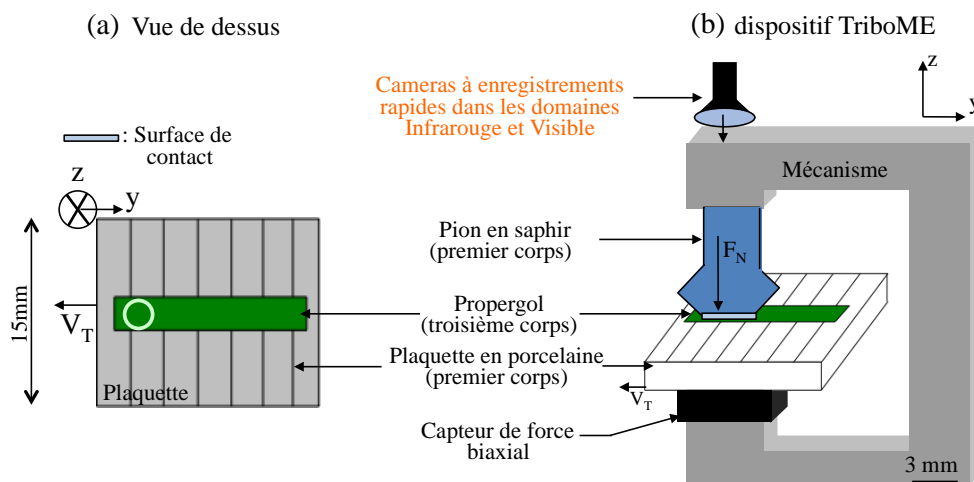


Figure II. 23 : schémas (a) de la vue de dessus de l'aire de contact et (b) du dispositif Tribome avec le triplet 4

Les mesures mécaniques et thermiques sont respectivement recueillies avec le capteur de forces biaxial et la camera à enregistrement rapide du rayonnement infrarouge (cf. Fig.II. 23). L'aire de contact est également observée avec la camera à enregistrement rapide du rayonnement visible.

Deux initiations sont observées pour le triplet 4 à 80 et 230 ms (cf. Fig.II. 24a), et entraînent respectivement une élévation ponctuelle de la température de l'aire de contact jusqu'à 216°C et 143°C (cf. Fig.II. 24b). A  $t_0 + 70$  ms et  $t_0 + 220$  ms, le facteur de frottement macroscopique présente respectivement deux pics s'élevant jusqu'à 0,13 ( $\mu_{\max \text{ triplet 4}}$ ) et 0,09 (cf. Fig.II. 24c). Ces variations du facteur de frottement macroscopique correspondent aux variations de la température de l'aire de contact, elles-mêmes correspondant aux initiations du propergol observées avec les deux cameras. L'amorçabilité du propergol est donc liée aux variations de facteur de frottement macroscopique. En effet, si l'on divise en 5 phases (A, B, C, D et E) les courbes d'évolution du facteur de frottement macroscopique et de la température de l'aire de contact (cf. Fig.II. 24b-c), pendant la phase de début de sollicitation du propergol (phase A), le facteur de frottement et la température oscillent autour de leurs valeurs initiales respectives :  $\mu_0 = 0$  et  $T^\circ_0 = T^\circ_{\text{amb}} = 20^\circ\text{C}$ . Ces oscillations sont justement dues à la mise en mouvement du premier corps inférieur. Ensuite, pendant les phases B et D, il y a deux initiations (cf. Fig.II. 24a), au cours desquelles le facteur de frottement macroscopique et la température atteignent leurs valeurs maximales respectives (cf. Fig.II. 24b-c). Entre ces deux phases, pendant la phase C, la température et le facteur de frottement macroscopique restent relativement stables. Enfin, pendant la phase E, la phase de fin de sollicitation, la température de l'aire de contact est de nouveau constante, à sa valeur initiale ( $T^\circ_{\text{amb}}$ ), et le facteur de frottement macroscopique diminue jusqu'à sa valeur initiale ( $\mu_0$ ).

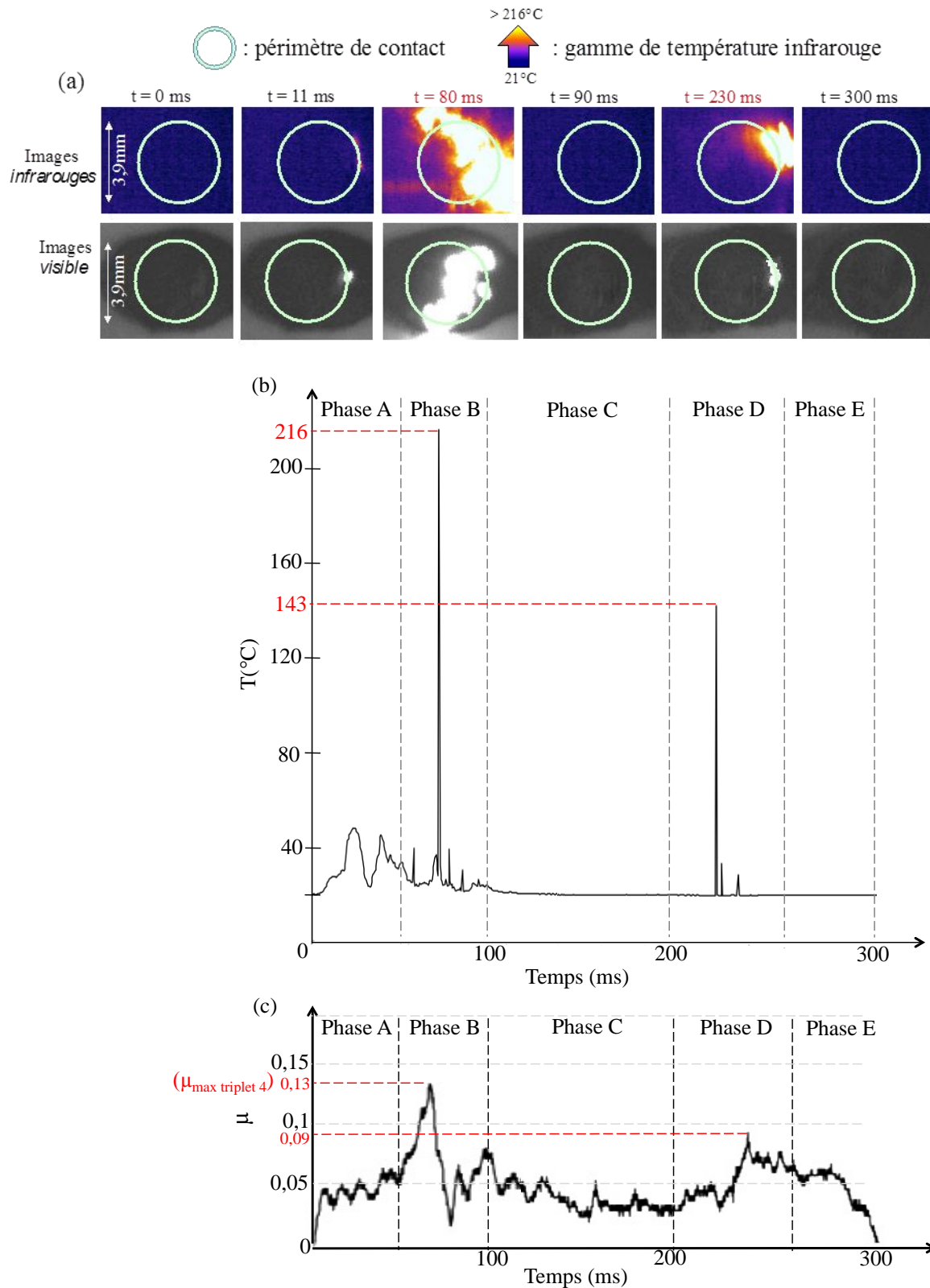


Figure II. 24 : (a) rayonnements infrarouge et visible de l'initiation du propergol sous sollicitations tribologiques avec le triplet 4, et évolutions de la température de l'aire de contact (b) et du facteur de frottement macroscopique (c) du triplet 4 sous sollicitations tribologiques

### II.1.7. Rôle effectif du facteur de frottement macroscopique dans le scénario d'initiation du propergol

L'étude des sollicitations tribologiques menant à l'initiation du propergol a été réalisée avec différentes géométries et rugosités de premiers corps pour les quatre triplets de matériaux. D'un point de vue thermique, nous avons montré que l'échauffement macroscopique de l'aire de contact n'est pas l'unique cause de l'initiation du propergol (cf. II.1.4). En effet, il s'est avéré que cet échauffement était trop faible pour amorcer la réaction du propergol d'un point de vue global.

D'un point de vue mécanique, le propergol influence les valeurs de facteurs de frottement macroscopiques (cf. Fig.II. 25). Force est de constater que celles-ci peuvent toutes mener à des initiations du propergol. L'existence d'une valeur seuil de facteur de frottement macroscopique menant à une initiation du propergol est donc erronée. Quel est donc le rôle du facteur de frottement macroscopique dans le scénario d'initiation du propergol?

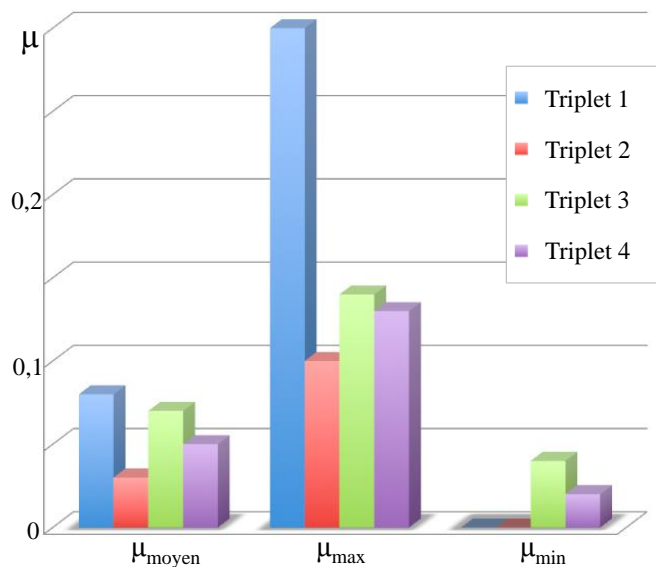


Figure II. 25 : facteurs de frottement macroscopiques (moyen, maximum et minimum), mesurés pour les quatre triplets de matériaux

Pour rappel, malgré leurs géométries de contact différentes, induisant des pressions de contact théoriques différentes, les quatre triplets de matériaux ont présenté une initiation du propergol.



Au cours de ces initiations, le triplet 1 présente un facteur de frottement maximum trois fois supérieur à celui du triplet 2 (cf. Fig.II. 25). De plus, le triplet 4 présente des valeurs de facteur de frottement macroscopique ( $\mu_{\text{moyen}}$ ,  $\mu_{\text{max}}$ ,  $\mu_{\text{min}}$ ) toutes inférieures à celles du triplet 2, avec la même vitesse de cisaillement et la même charge normale. Ces initiations ne sont donc pas dues directement à une valeur seuil de facteur de frottement macroscopique. Ce résultat n'est pas du tout trivial, puisque la pression de contact théorique du triplet 2 est bien supérieure à celle du triplet 4 (cf. Tableau 2) et malgré cela, le propergol s'initie par frottement pour ces deux triplets.

Par conséquent, les variations de facteur de frottement macroscopique indiquent un écoulement hétérogène à l'intérieur de l'aire de contact ; en témoigne les importantes oscillations de facteurs de frottement macroscopiques observées pendant les phases B et D ainsi que les phénomènes thermiques locaux observés lors de ces phases (cf. Fig.II. 24a). Finalement, quelque soit la nature des matériaux constitutifs et la rugosité de surface des premiers corps, des initiations localisées puis généralisées du propergol interviennent par frottement. Par conséquent, c'est la composition du propergol et son évolution au cours des sollicitations tribologiques qui génèrent l'initiation généralisée du propergol.

#### II.1.8. Influence des phénomènes thermiques locaux dans le scénario d'initiation du propergol

Les phénomènes thermiques locaux, appelés initiations localisées ou hot spot [10,11], sont observés en front de contact, sur le bord de l'aire de contact, après 11 ms de sollicitation, pour le triplet 4, (cf. Fig.II. 26).

Ces initiations localisées du propergol interviennent donc pendant la phase A d'évolution du facteur de frottement macroscopique et de température de l'aire de contact, en opposition aux initiations généralisées, que nous avons observées à 80 et 230 ms, lors des phases B et D de ces courbes (cf. Fig.II. 24).

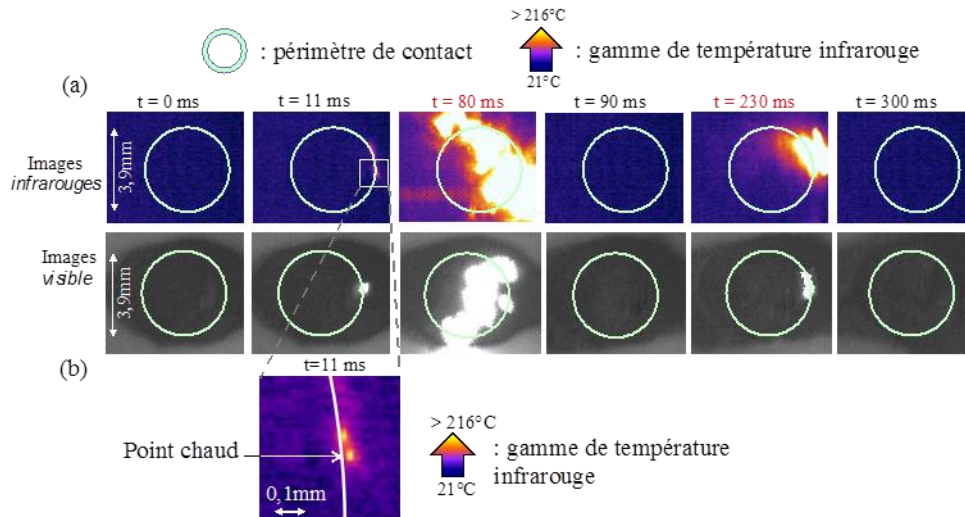


Figure II. 26 : (a) rayonnements infrarouge et visible du triplet 4 de l'initiation du propergol sous sollicitations tribologiques et (b) grossissement du champ d'observation du rayonnement infrarouge lors des sollicitations tribologiques du triplet 4

En réalité, pendant toute la durée des sollicitations tribologiques, des initiations localisées sont observés, comme en témoigne la Figure II. 27, recensant l'ensemble des initiations localisées et généralisées, observées pour les quatre triplets de matériaux (33 tests de frottement) :

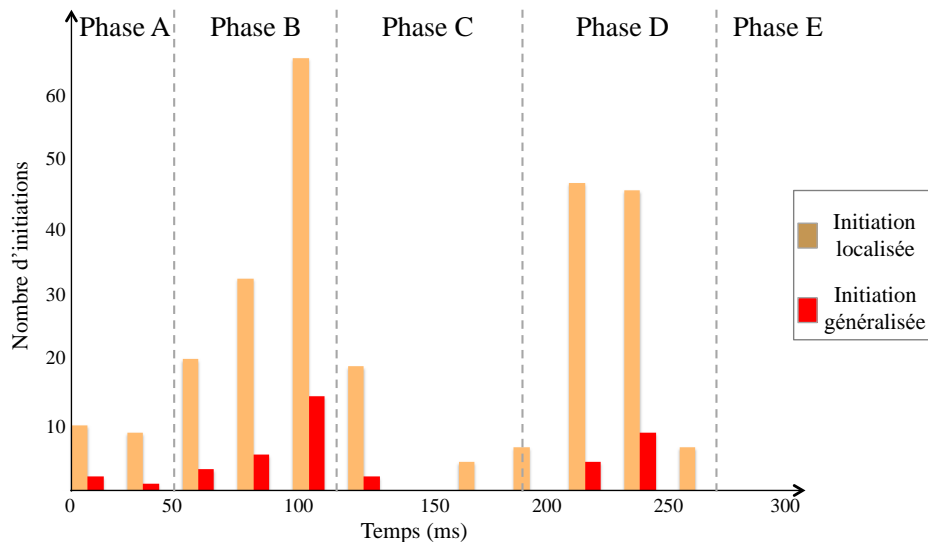


Figure II. 27 : ensemble des phénomènes thermiques observés dans les domaines infrarouge et visible pour tous les triplets de matériaux mis en contact

Mais la Figure II. 27 confirme que les phases B et D présentent le plus grand nombre d'initiations (localisés et généralisés). En d'autres termes, la probabilité d'observer une initiation généralisée du propergol sous sollicitations tribologiques est accrue lors de ces phases B et D.

Ces initiations généralisées sont très souvent accompagnées d'initiations localisées. Par conséquent, en déterminant le scénario d'apparition de ces initiations localisées, il doit être possible d'expliquer le scénario d'initiation généralisée du propergol.

Selon certaines études [38,39,89], ces initiations localisées sont générées par l'interaction entre les constituants solides eux-mêmes ou entre les constituants solides et la paroi mobile. La taille théorique des zones d'initiations localisées est légèrement supérieure à 10  $\mu\text{m}$ , ce qui est dans l'ordre de grandeur des diamètres des constituants solides du propergol [41,42].

De plus, il est acquis qu'en l'unique présence de constituants solides, la probabilité d'initiation du propergol augmente [88]. Alors, si les sollicitations tribologiques génèrent un accroissement de la proportion en constituants solides dans le volume de propergol situé dans l'aire de contact, alors celui-ci devrait vraisemblablement s'initier. Il est donc nécessaire d'étudier le comportement de ces constituants solides sous sollicitations tribologiques.

Certains des constituants solides connaissent des transitions de phases cristallines [40] avant de s'initier. Ces constituants solides sont du même type que les constituants explosifs  $B_{\emptyset}$  et  $B_{\emptyset+}$  contenus dans le propergol de notre étude [27,61-63]. Pour exemple, voici des modules de compression K et de cisaillement G des phases  $\beta$  et  $\delta$  d'un constituant explosif B, obtenus par la méthode de Monte-Carlo [90] :

- pour la phase  $\beta$ ,  $K = 15,5 \text{ GPa}$  et  $G = 7,0 \text{ GPa}$  ;
- pour la phase  $\delta$ ,  $K = 12 \text{ GPa}$  et  $G = 2,9 \text{ GPa}$ .

Une modification de phases cristallines engendre un changement des propriétés mécaniques de la particule. Ainsi, la phase  $\delta$  des constituants  $B_{\emptyset}$  et  $B_{\emptyset+}$  est plus fragile que la phase  $\beta$ , surtout en cisaillement. Ces constituants de phase  $\beta$  peuvent donc tout à fait être le lieu de fissures et/ou fractures, créant de nouvelles surfaces libres, chimiquement très réactives [91].

Les interactions locales entre constituants du propergol, et plus particulièrement entre les constituants solides, semblent être la cause première de génération d'initiations localisées, amorçant l'initiation généralisée du propergol [6,41-44,46,48-51,92,93]. Il est donc important d'étudier ces interactions par l'observation des débits internes (fluide et solide) au propergol.

### II.1.9. Mise en évidence des débits internes de constituants du propergol après sollicitations tribologiques ayant mené à son initiation

Cette étude *post-essai* s'appuie tout d'abord sur l'observation par microscopie optique de l'aire de contact. Cette dernière conserve la même morphologie pour les triplets 1, 2, 3 et 4. Ceci confirme qu'il existe une réponse tribologique caractéristique des constituants du propergol. Par conséquent sont uniquement présentées ici les images obtenues pour le triplet 1, comparant l'aire de contact avant et après sollicitations tribologiques, avec un grossissement x200 (cf. Fig.II. 28). Cette surface de contact représente les constituants du propergol qui ont effectivement été sollicités par frottement pendant l'essai. Elle est schématisée avec des lignes pointillées sur la Figure II. 28.

Avant sollicitations tribologiques, le propergol a un aspect macroscopique homogène. La brillance du propergol, due à la réflexion de la lumière d'observation sur les constituants fluides, est uniformément répartie sur l'ensemble de l'échantillon (cf. Fig.II. 28a). On en déduit que les différents constituants, solides et fluides, sont aléatoirement répartis dans le volume du propergol, ce qui lui confère un aspect globalement homogène (cf. Fig.II. 28b).

En revanche, ceci n'est plus du tout le cas après sollicitations tribologiques. En effet, deux zones distinctes sont observées à la surface du propergol (cf. Fig.II. 28c). Il y a tout d'abord une zone plus brillante, en périphérie de l'aire de contact, traduisant la plus importante proportion de fluide contenue localement dans le propergol. Les constituants fluides ont donc tendance à être éjectés de l'aire de contact. A contrario, au centre de l'aire de contact, le propergol est moins brillant. A cet endroit, il y a donc une plus faible proportion de constituants fluides et une plus grande proportion de constituants solides. Les constituants solides ont donc tendance à rester au centre de l'aire de contact (cf. Fig.II. 28d).

Il s'agit ici de la deuxième mise en évidence de l'assèchement du troisième corps dans l'aire de contact par activation du débit d'éjection des constituants fluide,  ${}^3Q_e^{fluide}$ , après celle observée par absorption de ceux-ci dans la plaquette de porcelaine (cf. Chapitre II.1.3.1 : Fig.II.8).

Cet assèchement de l'aire de contact est donc le premier comportement caractéristique du propergol sous sollicitations tribologiques, comportement susceptible de mener à son initiation. Cette séparation des constituants fluides et des constituants solides est appelée ségrégation fluide/solide, notée  $Seg_{F/S}$ .

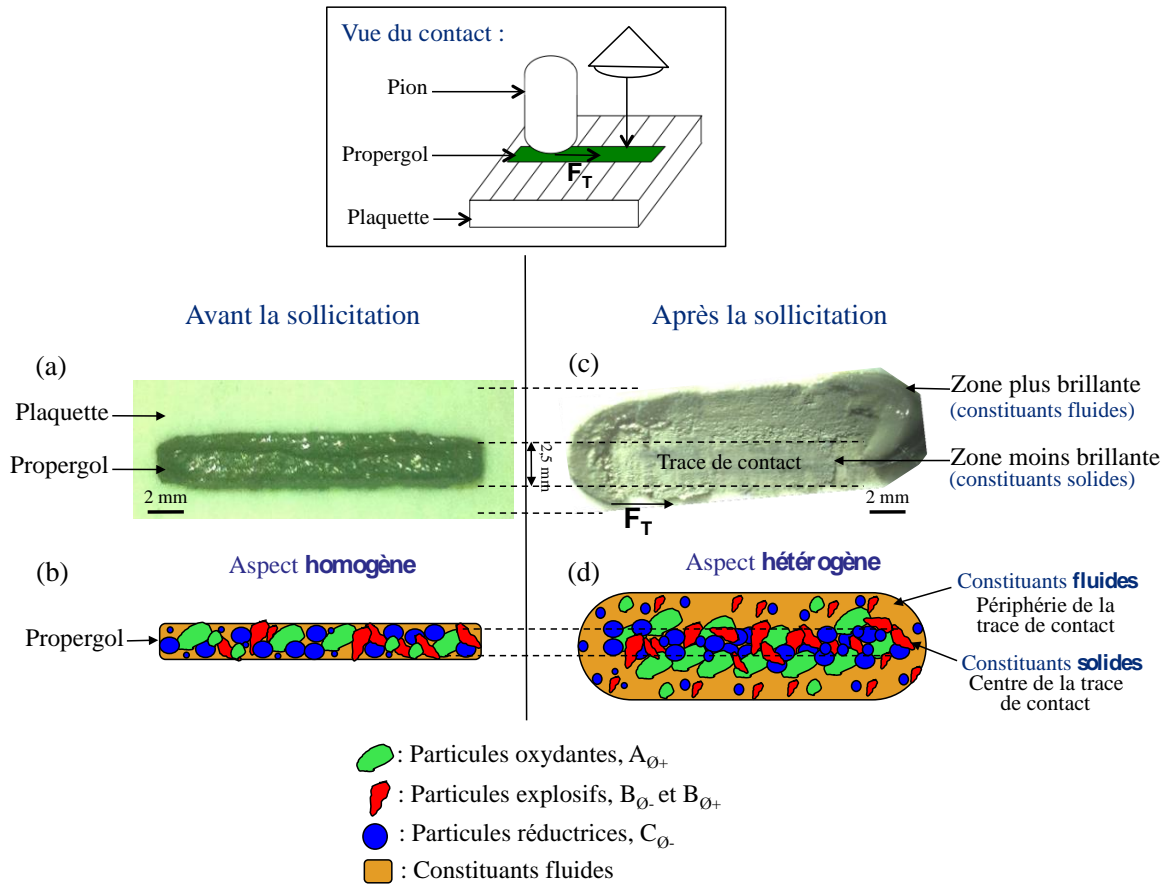


Figure II. 28 : comparaison de l'aspect de l'aire de contact, avant et après la sollicitation tribologique du propergol : (a) observation avant la sollicitation du propergol, par microscopie électronique, grossissement x200, (b) schéma simplifié du propergol avant la sollicitation tribologique, (c) observation après la sollicitation du propergol, par microscopie électronique, grossissement x200, et (d) schéma simplifié du propergol après la sollicitation tribologique

Il reste donc au centre de l'aire de contact une grande proportion de constituants solides. Ce sont donc les interactions entre ces constituants qui vont avoir une incidence non négligeable sur le comportement global du propergol sous les sollicitations tribologiques. Or, pour appréhender ces interactions locales, il est nécessaire « d'entrer » dans le contact, en le perturbant le moins possible. Ceci ne peut être réalisé que par une instrumentation numérique du contact qui modélisera les interactions locales entre constituants solides.

## II.2. Approche numérique de l'expertise tribologique de l'initiation d'un propergol

La ségrégation fluide/solide s'effectuant durant toute la durée de la sollicitation tribologique du propergol, il ne reste donc dans l'aire de contact quasiment que des constituants solides. Dans le §II.1.8, l'approche expérimentale a été montrée que l'interaction entre ces constituants solides pouvait générer des initiations localisées à cause de la ségrégation fluide/solide,  $Seg_{F/S}$  (cf. Chapitre II.1.9), à l'origine du débit d'éjection des constituants fluides,  $^3Q_e^{fluide}$ .

Il est donc nécessaire d'étudier les débits internes et interactions locales entre constituants pendant les sollicitations tribologiques du propergol.

### II.2.1. Choix de la méthode permettant d'appréhender localement les sollicitations tribologiques menant un propergol à son initiation ?

Des débits de constituants solides dans le volume de propergol semblent être à l'origine des initiations localisées.

Pour avoir un point de vue plus local des conséquences des sollicitations tribologiques sur les constituants du propergol, une approche numérique, utilisant une modélisation par éléments discrets, a été choisie. Ce choix est cohérent avec les conclusions des observations tribologiques précédentes car il y a éjection en dehors de l'aire de contact d'une forte proportion volumique en constituants fluides pendant toute la durée des sollicitations tribologiques. Par conséquent, l'hypothèse est faite qu'une forte proportion de constituants solides joue un rôle majeur dans le scénario d'initiation du propergol. La discrétisation du triplet de matériaux permet alors l'étude tribologique des constituants solides à une échelle microscopique, en faisant intervenir des paramètres locaux d'interaction tel qu'un coefficient de frottement local entre constituants solides ou une cohésion entre les différents constituants solides [94].

Parmi les différentes approches DEM disponible dans la littérature, c'est la méthode de dynamique des contacts non réguliers qui est choisie (en anglais : Non Smooth Contact Dynamics, NSCD) [2,94]. En effet, cette approche a déjà été mise en place avec succès pour des applications mécaniques et tribologiques [95]. L'approche numérique des sollicitations tribologiques du propergol n'étant pas un développement de méthode numérique, mais une

utilisation raisonnée d'une méthode numérique prédéfinie, il est possible d'obtenir plus de détails sur le formalisme utilisé dans ces références [2,94].

Ainsi, pour obtenir une approche numérique des sollicitations tribologiques la plus en adéquation avec le dispositif expérimental, il est nécessaire de bien définir les lois d'interactions liant les forces de contact locales, notées  $\mathbf{r}$ , et les vecteurs vitesses,  $\mathbf{v}$ , qui en découlent. Plusieurs études de tribologie numérique traitent de lois basées sur des hypothèses de régularité ou de non-régularité de dynamique de contact. Selon ces études, une loi de contact cohésive non-régulière décrit la partie normale de la force de contact combinée à une loi de frottement de Coulomb, qui décrit la partie tangentielle de cette force (cf. Fig.II. 29).

La partie normale repose sur un seuil de force de cohésion, noté  $\gamma$ , alors que la partie tangentielle repose sur un coefficient de frottement local  $\mu$ . Nous parlons ici de coefficient de frottement local entre particules car nous ne modélisons que le contact premiers corps – troisième corps, et non le triplet tribologique entier.

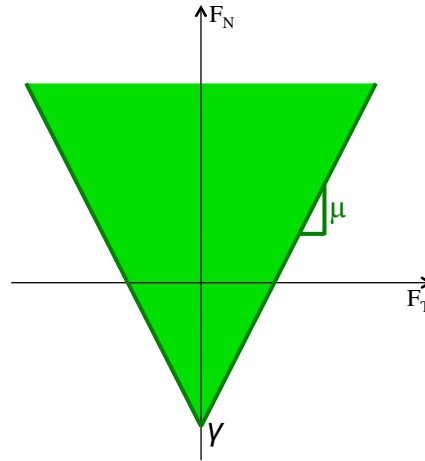


Figure II. 29 : représentation de l'ensemble des solutions (en vert) de la combinaison d'une loi de contact non-régulière et d'une loi de frottement de Coulomb

Le système (2) résume les lois précédemment énoncées:

$$\left\{ \begin{array}{ll} (r_n + \gamma) \geq 0, g_n \geq 0, (r_n + \gamma) \cdot g_n = 0 \\ \text{Si } v_t = 0 & \text{alors } |r_t| \leq \mu r_n \\ & \text{ou } r_t = -\text{sign}(v_t) \mu r_n \end{array} \right. \quad (2)$$

où les indices  $n$  et  $t$  se réfèrent aux parties normale et tangentielle du vecteur considéré.

Ainsi, si l'on considère la compression de deux particules 1 et 2 en contact (cas A de la Figure II. 30a), il en résulte une force de contact, de composantes normale,  $r_n$ , et tangentielle  $r_t$ . La distance entre ces deux particules est nulle ( $g = 0$ ).

Il n'y a pas d'attraction directe entre les particules puisque celles-ci sont déjà en contact.

Pour le cas B, la particule 2 est à une distance  $g$  de la particule 1, inférieure à  $d_w$  ( $d_w$  est la distance limite pour qu'il y ait attraction entre les deux particules). Si  $0 < g < d_w$ , il n'y a pas à proprement parlé de contact, mais il existe une force de cohésion, de valeur seuil  $\gamma$ , qui tend à rapprocher les deux corps.

Pour le cas C, les particules 1 et 2 sont distantes d'une valeur  $g$ , supérieure à  $d_w$ . Il n'existe donc ni attraction, ni contact, entre les deux particules ( $g > d_w$ ,  $r_n = 0$  et  $\gamma = 0$ ). Ceci est représenté par la courbe d'évolution de la force normale  $F_N$  en fonction de la distance  $g$  entre les particules (cf. Fig.II. 30a).

Pour une vitesse relative positive entre les deux corps 1 et 2 de la Figure II. 30a, ce sera une phase de compression, alors que pour une vitesse relative négative, ce sera une phase de traction entre les deux corps (cf. Fig.II. 30b).

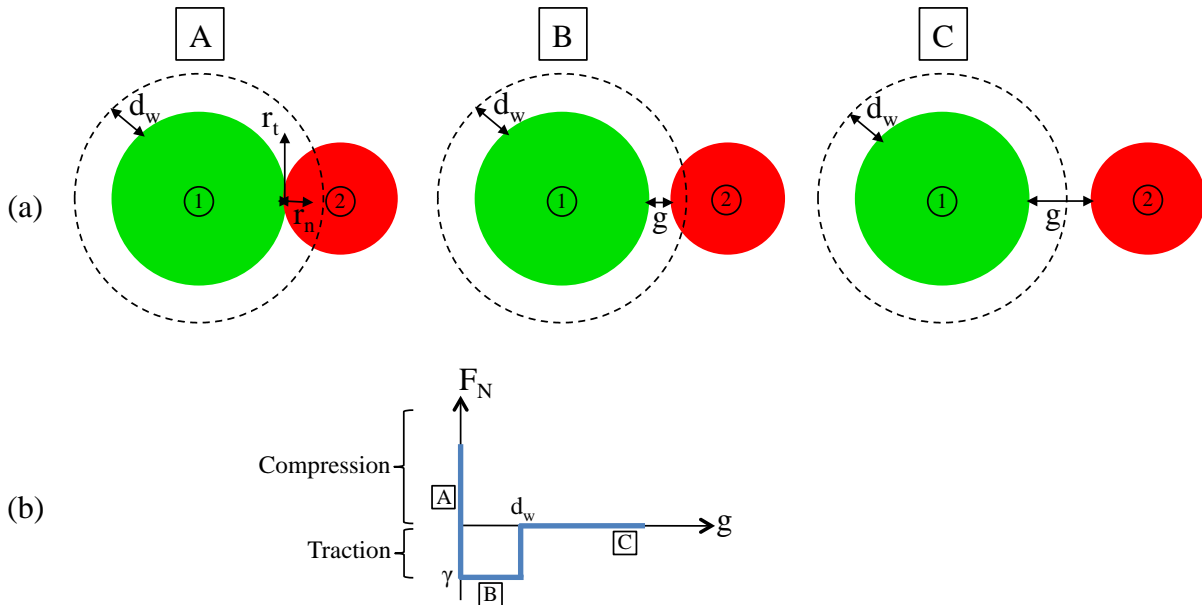


Figure II. 30 : (a) représentation de l'interaction entre deux particules, avec  $\gamma$ , la valeur seuil de la force de cohésion existant entre les deux particules,  $r_n$  et  $r_t$ , les composantes tangentielle et normale de l'effort de contact entre les deux particules,  $g$ , la distance entre les deux particules,  $d_w$ , la distance maximale d'attraction entre les deux particules, et (b) courbe d'évolution de la force normale existant entre deux particules, en fonction de la distance  $g$ , existant entre ces deux particules



Pour décrire ces diverses interactions dans le modèle, deux groupes de paramètres sont introduits :

- le premier concerne le contact entre les particules de grand diamètre ( $A_{\emptyset+}$ ) et les autres objets telles que les parois des premiers corps et les particules de plus petit diamètre ( $B_{\emptyset+}$ ,  $B_{\emptyset}$ ,  $C_{\emptyset-}$ ). Une loi de contact unilatéral, couplée à un modèle de frottement de Coulomb, est utilisée. Ce couplage ne prend en compte que le facteur de frottement  $\mu$  comme variable ( $\gamma = 0$ ).
- le deuxième concerne tous les contacts entre les différents éléments discrets, c'est à dire entre les particules et les parois des premiers corps et entre les particules elles-mêmes. Aucune information quantitative ne peut être directement obtenue de cette loi. Il est néanmoins possible d'interpréter la phénoménologie d'écoulement de particules à l'intérieur du contact. En utilisant une loi cohésive d'interaction, il est également possible d'influencer le comportement de certaines particules, et donc de modifier le comportement macroscopique du propergol, ainsi modélisé, sous sollicitations tribologiques.

Par conséquent, comme proposé dans des études précédentes [95], une loi de contact unilatérale et cohésive prend en compte la force de cohésion  $\gamma$  comme variable. Cette loi cohésive est couplée à une loi de frottement de Coulomb pour prendre en compte les efforts tangentiels des interactions entre particules en mouvement.

Seulement, pour effectuer une étude locale des débits de constituants solides du propergol, il est nécessaire de faire varier le coefficient de frottement local,  $\mu$ , existant entre chaque type de constituants solides du propergol. Les valeurs arbitrairement choisies pour  $\mu$  permettent la mise en évidence de l'influence d'un coefficient de frottement élevé ( $\mu = 0,9$ ), moyen ( $\mu = 0,5$ ) ou faible ( $\mu = 0,01$ ) sur les débits de constituants solides.

De plus, grâce aux lois de contact énoncées dans le système (2), il est possible de combiner la variation du coefficient de frottement local entre particules de troisième corps avec la cohésion inter-particulaire ( $\gamma$ ) précédemment décrite. Trois valeurs arbitraires de  $\gamma$  sont donc introduites dans le modèle pour mettre en évidence l'influence d'une cohésion locale forte ( $\gamma = 0,9$ ), moyenne ( $\gamma = 0,5$ ) ou faible ( $\gamma = 0,01$ ) sur les débits de constituants solides. Ces variations de cohésion locale caractérisent implicitement les changements de propriétés que peuvent subir les particules de troisième corps (énergie de surface par exemple), et l'attraction qui résulte de la présence de constituants fluides au sein du propergol.

Une fois les lois d'interaction entre particules de troisième corps établies, il ne reste plus qu'à définir la rugosité des parois des premiers corps du modèle. L'approche expérimentale a permis l'étude de sollicitations tribologiques de trois rugosités de surface choisies ( $R_{a1}$ ,  $R_{a2}$ ,  $R_{a3}$ ), toutes trois ayant permis l'observation d'initiations généralisées du propergol. Seulement, avec la rugosité  $R_{a1}$  et le triplet 1 (cf. II.1.4), des initiations généralisées très rapides ( $t = 15$  ms) du propergol ont été observées. Pour ce triplet, les débits internes de constituants seraient plus critiques que pour les autres. De plus,  $R_{a1}$  est également présente dans le triplet 2, présentant des premiers corps en acier nitruré, matériau constitutif de l'alésage du fourreau du malaxeur bivis. Ainsi, il a été choisi d'appliquer cette rugosité de surface  $R_{a1}$  pour les parois supérieure et inférieure.

Cette rugosité des parois des premiers corps influence directement le coefficient de frottement macroscopique calculé dans le modèle. Nous parlons ici de coefficient de frottement macroscopique et non pas de facteur de frottement macroscopique, car seule l'aire de contact entre les premiers corps et le troisième est modélisée. Le coefficient de frottement macroscopique est donc, dans le modèle numérique, une grandeur intrinsèque des matériaux constitutifs des premiers corps, sans prise en compte du mécanisme, permettant leur mouvement. Ainsi, le contact modélisé par cette approche numérique possèdera un coefficient de frottement macroscopique équivalent à celui du coefficient de frottement du couple acier/acier du triplet 2, à savoir 0,3 [58].

### II.2.2. Construction du modèle numérique

Pour reproduire les conditions expérimentales menant à l'initiation du propergol, un modèle numérique à deux dimensions est utilisé. Les particules de troisième corps sont des particules modèles ayant la forme de disques rigides, non déformables. Ceci étant, l'approche numérique permettra la compréhension à l'échelle microscopique de l'écoulement des constituants solides du propergol entre deux parois et leurs interactions respectives pouvant influencer un comportement macroscopique caractéristique du propergol.

Ainsi, entre les deux parois, représentant les surfaces des premiers corps, 12 500 éléments représentent les particules de troisième corps et sont différenciables par leur diamètre et leur couleur dans le contact (cf. Fig.II. 31) :

- les particules oxydantes  $A_{\emptyset+}$  sont représentées par des disques de grand diamètre, de couleur verte ;
- les particules explosives  $B_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset-}$  sont respectivement représentées par des disques de grand et de petit diamètre, de couleur rouge ;
- les particules réductrices  $C_{\emptyset-}$  sont représentées par des disques de petit diamètre de couleur bleue.

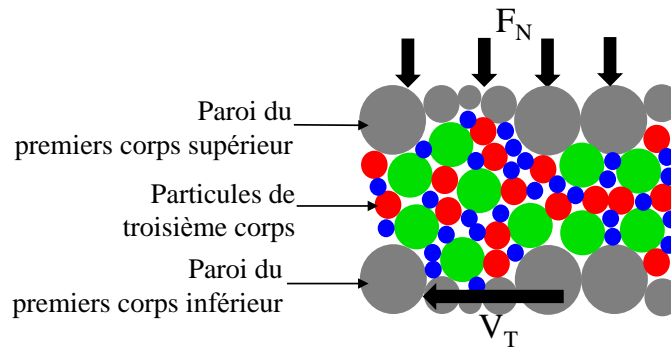


Figure II. 31 : schéma représentant les particules de troisième corps sollicitées par les parois des premiers corps

Pour ces simulations numériques, les proportions de chaque nature de constituants solides sont identiques à celles introduites pour l'approche expérimentale, mais en raison de la confidentialité industrielle, ces proportions ne peuvent être précisées. L'épaisseur initiale des particules de troisième corps est la même que celle utilisée sur le dispositif Tribome, à savoir 400  $\mu\text{m}$ . Par ailleurs, il a été déterminé que l'initiation généralisée du propergol intervenait majoritairement lors de la Phase B des courbes d'évolution de la température de l'aire de contact et de facteur de frottement, soit entre 50 et 100 ms de sollicitations tribologiques. Ainsi, il est judicieux d'utiliser des valeurs de sollicitations équivalentes dans le modèle numérique.

De plus, ces sollicitations tribologiques s'effectuent en deux étapes successives : une étape préliminaire de compression du propergol puis l'étape de cisaillement de ce dernier. Par conséquent, les particules de troisième corps sont d'abord comprimées entre les deux parois des premiers corps, puis sollicitées en frottement. La force normale de compression appliquée à la paroi du premier corps supérieur est identique à celle appliquée dans l'approche expérimentale, à savoir 353 N ( $F_N$ ). Ensuite, le cisaillement de ces particules est mis en place, avec une vitesse linéaire ( $V_T$ ) de 60 mm/s du premier corps inférieur, semblable à la vitesse de déplacement de la plaquette ( $V_{T \text{ moyen}} = 40 \text{ mm/s}$  et  $V_{T \text{ max}} = 66 \text{ mm/s}$ ) dans l'approche expérimentale (cf. Fig.II. 32) :

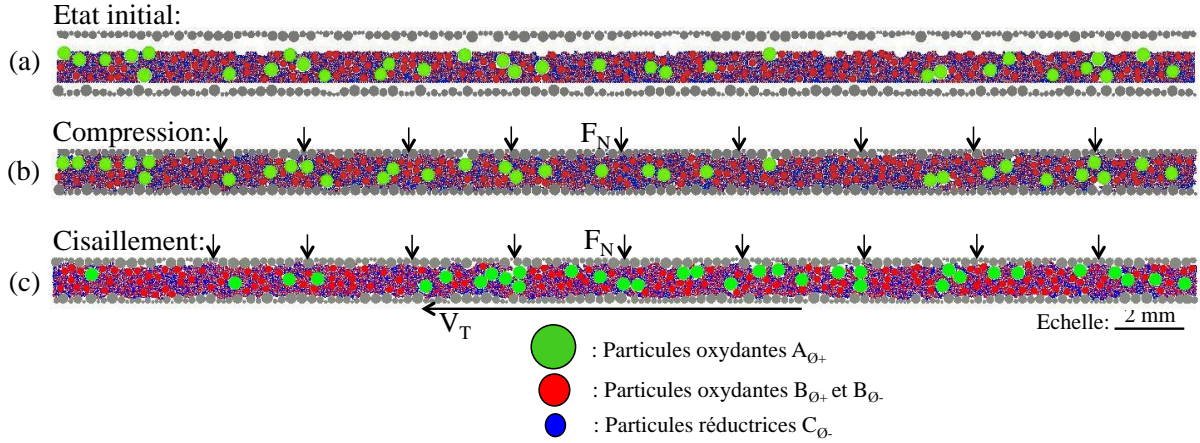


Figure II. 32 : étapes initiale (a), de compression (b) et de cisaillement (c) des sollicitations tribologiques appliquées aux particules de troisième corps par approche numérique

### II.2.3. Comportement macroscopique du propergol sous sollicitations tribologiques

Pendant les simulations, l'attention est portée sur les débits de particules dans l'épaisseur du troisième corps. Comme les principaux efforts externes au contact ne sont pas modifiés entre chaque calcul (température, gravité, vitesse tangentielle et force normale...), ces mouvements particuliers évoluent en fonction de la valeur des variables préalablement définies : le coefficient de frottement local et la force de cohésion.

Il est possible d'étudier les efforts locaux subits par une particule (notés  $S_N^i$ , en Newton) et venant des particules voisines à celle-ci (cf. Fig.II. 33), car ces efforts locaux sont définis comme suit :

$$S_N^i = \sum_{j \in L_c(i)} r_n^{ij},$$

avec  $L_c$  la liste des contacts de la particule  $i$ .

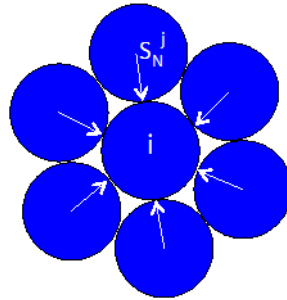


Figure II. 33 : schéma des efforts subits par une particule  $i$ , de ses voisines  $j$

Par conséquent, en fonction du code couleur choisi, si une particule est peu sollicitée, elle apparaîtra de couleur bleu dans les simulations. Au contraire, plus cette même particule est sollicitée, plus elle apparaîtra de couleur rouge dans les simulations. La couleur rose désigne la particule pour laquelle les efforts subis  $S_N^i$  sont supérieurs à la valeur maximale choisie (ici 8 000 N). Cette « sur-sollicitation » particulière ne concerne que quelques particules. Par conséquent, pour être certain d'observer les particules les plus sollicitées dans l'épaisseur de troisième corps, il a fallu choisir une échelle d'efforts locaux  $S_N^i$  la plus « basse » possible (ici  $0 < S_N^i < 8000$  N).

### II.2.3.1. Comportement macroscopique du propergol sous compression initiale

L'étape préliminaire de compression des particules est présentée Figure II. 34 :

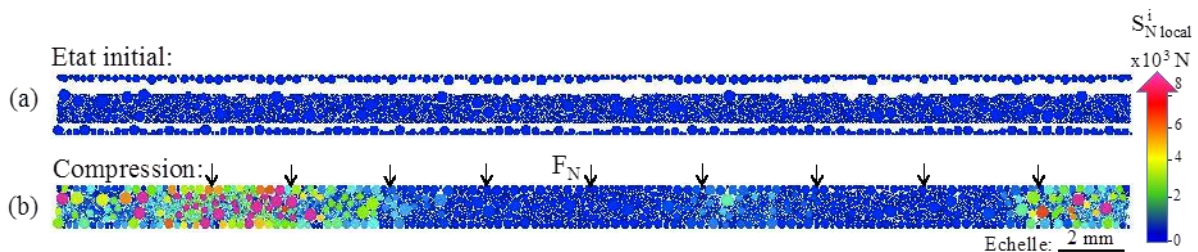


Figure II. 34 : efforts locaux subis par les particules de troisième corps  
lors de l'étape de compression

Ces premiers résultats de simulation de compression de particules ne sont pas quantitatifs, d'où cette limite arbitraire des efforts locaux subis fixée à 8 000 N. En effet, l'information recherchée est le lieu et le type de particules concernées par la concentration des efforts locaux dans l'épaisseur de troisième corps. La stabilisation de l'effort de compression se caractérise par une concentration de ces efforts dans deux zones de l'épaisseur du propergol (cf. Fig.II. 34b). Il s'avère justement que ce sont les particules de grands diamètres, les particules oxydantes et explosives ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ), qui sont localisées dans ces zones et subissent donc le plus d'efforts locaux  $S_N^i$  lors de cette étape de compression.

### II.2.3.2. Comportement du propergol sous compression et cisaillement, avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement locaux et de cohésion inter-particulaire

La première simulation de cisaillement présente les particules de troisième corps sollicitées avec des valeurs moyennes de coefficient de frottement local ( $\mu = 0,5$ ), et de cohésion,  $\gamma = 0,5$  (cf. Fig.II. 35). Le coefficient de frottement macroscopique de cette première simulation est tout à fait convenable ( $\mu = 0,37$ ), puisqu'il est du même ordre de grandeur que celui du triplet 1 de l'approche expérimental ( $\mu_{\max \text{ triplet 1}} = 0,3$ ).

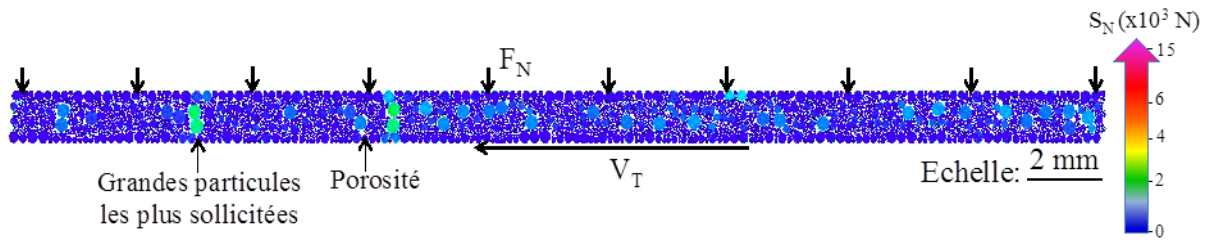


Figure II. 35 : efforts appliqués par cisaillement aux particules de troisième corps avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement et de cohésion ( $\mu = 0,5$  et  $\gamma = 0,5$ )

Les particules de plus grand diamètre  $A_{\emptyset+}$  sont également celles qui transmettent les efforts subits par le troisième corps à travers son épaisseur,  $S_N^i \max = 2\,000\text{ N}$ , (cf. Fig.II. 35).

De telles observations corroborent des résultats obtenus sur des matériaux granulaires avec des tailles de particules plus importantes [4] et confirment que le propergol adopte un comportement global similaire à un matériau granulaire (cf. Chapitre I.2).

En outre, le cisaillement du troisième corps entraîne la formation d'espaces inter-particulaires au voisinage des particules de grand diamètre  $A_{\emptyset+}$ , que nous appellerons porosités. Celles-ci peuvent être de deux types :

- la porosité qui est confinée dans l'épaisseur de troisième corps, présentant toutes les particules limitrophes en contact, est appelée porosité fermée.
- la porosité qui n'est pas confinée dans l'épaisseur de troisième corps, débouchant sur l'interface propergol / paroi de premier corps, est appelée porosité ouverte.

Par ailleurs, la Figure II. 36 présente l'évolution de la distribution des particules de grand diamètre dans l'épaisseur de troisième corps pendant les sollicitations tribologiques. Cette distribution évolutive met en évidence les débits internes des constituants solides du troisième corps, notés  $^3Q_i^{\text{solide}}$ .

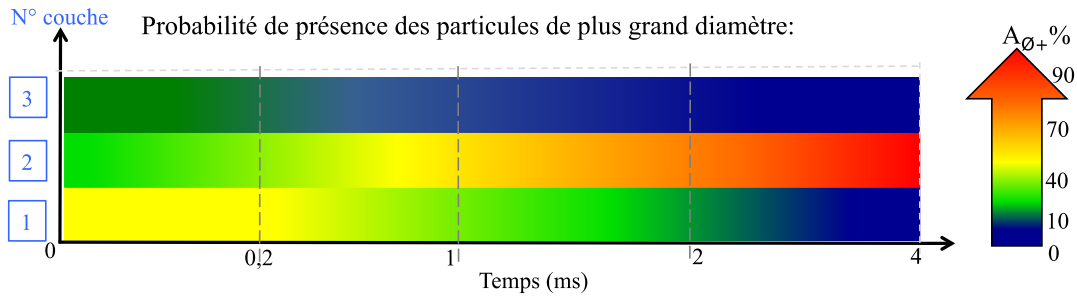


Figure II. 36 : évolution de la distribution des particules de plus grand diamètres pendant le cisaillement du troisième corps

Les résultats montrent qu'il est possible de diviser l'épaisseur du troisième corps en 3 couches superposées (cf. Fig.II. 36):

- la couche 1 est la couche inférieure ; elle s'appauvrit en particules de grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ) qui migrent de la couche inférieure vers la couche médiane, et s'enrichit en particules de petits diamètres ( $B_{\emptyset-}$  et  $C_{\emptyset-}$ ) provenant de la couche 2 ;
- la couche 2 est la couche médiane ; la probabilité de présence des particules de plus grand diamètre  $A_{\emptyset+}$  dans cette couche augmente au fur et à mesure que le cisaillement du troisième corps s'effectue. En effet, cette probabilité de présence augmente de 35% à 80%. Ainsi, les grandes particules ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ) tendent à migrer des couches supérieure et inférieure, vers le centre de l'épaisseur du troisième corps. Par réciprocity, la proportion en particules de petits diamètres ( $B_{\emptyset-}$  et  $C_{\emptyset-}$ ) diminue dans cette couche. Celles-ci migrent de cette couche médiane vers les couches supérieure et inférieure ;
- la couche 3 est la couche supérieure ; elle s'appauvrit en particules de grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ) qui migrent de la couche supérieure à la couche médiane et s'enrichit en particules de petits diamètres ( $B_{\emptyset-}$  et  $C_{\emptyset-}$ ) provenant de la couche 2 ;

Cet arrangement en couches superposées de l'épaisseur du troisième corps est une deuxième sélection de constituants, après la  $Seg_{F/S}$  (cf. II.1.9). Ici, il s'agit de la ségrégation entre constituants solides selon leur géométrie (la notation  $\emptyset_+$  symbolise les particules de grands diamètres, et la notation  $\emptyset_-$  symbolise les particules de petits diamètres), notée  $Seg_{S/S}$ . Cette ségrégation met en évidence le débit interne de constituants solides du propergol pendant le cisaillement :  ${}^3Q_i^{solide} = {}^3Q_i^{\emptyset+} + {}^3Q_i^{\emptyset-}$ . Ce débit interne de constituants solides se décompose donc en deux débits, différenciables par le diamètre des particules concernées.



Ainsi, il est possible de définir ces deux débits particuliers comme regroupant les migrations des particules oxydantes  $A_{\emptyset+}$ , explosives  $B_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset-}$ , et des particules réductrices  $C_{\emptyset-}$  :

$$\begin{aligned} - {}^3Q_i^{\emptyset+} &= {}^3Q_i^{A_{\emptyset+}} + {}^3Q_i^{B_{\emptyset+}} \\ - {}^3Q_i^{\emptyset-} &= {}^3Q_i^{B_{\emptyset-}} + {}^3Q_i^{C_{\emptyset-}} \end{aligned}$$

Les débits de particules précédemment définis s'écrivent donc de la forme suivante, pour chaque couche du propergol :

$$\begin{aligned} - \text{pour la couche 1 : } {}^3Q_i^1 &= {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{B_{\emptyset-}} + {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{C_{\emptyset-}} - {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} - {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} \\ - \text{pour la couche 2 : } {}^3Q_i^2 &= {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} + {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} + {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} + {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{B_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{C_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{B_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{C_{\emptyset-}} \\ - \text{pour la couche 3 : } {}^3Q_i^3 &= {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{B_{\emptyset-}} + {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{C_{\emptyset-}} - {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} - {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} \end{aligned}$$

De plus, sur la Figure II. 37, des agrégats de particules s'opèrent dans la couche médiane de troisième corps. Ces agrégats, résultant d'une cohésion inter-particulaire moyenne ( $\gamma = 0,5$ ), ne sont constitués que de particules de grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ). Des porosités fermées sont également observées au voisinage de ces agrégats dans la couche médiane de l'épaisseur, (cf. Fig.II. 37).

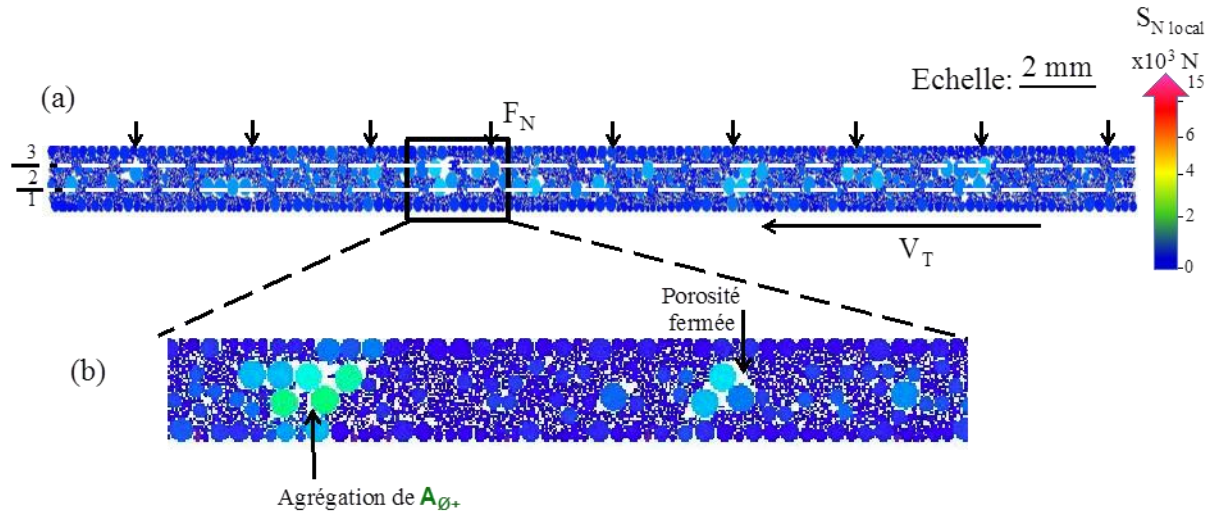


Figure II. 37 : (a) organisation en couches superposées du troisième corps: Segs/s  
(b) zoom sur l'épaisseur de troisième corps : observation d'agrégations de particules de grand diamètre dans la couche médiane

Pour avoir la certitude que les porosités sont hermétiquement fermées, il est nécessaire d'étudier les contacts inter-particulaires locaux (cf. Fig.II. 38).



En effet, sur la Figure II. 38, un fort contact inter-particulaire est représenté par un trait violet et un contact de plus faible intensité est représenté par un trait rouge. Ainsi, plusieurs porosités fermées sont observables sur la Figure II. 38, et sont strictement incluses dans l'épaisseur de troisième corps.

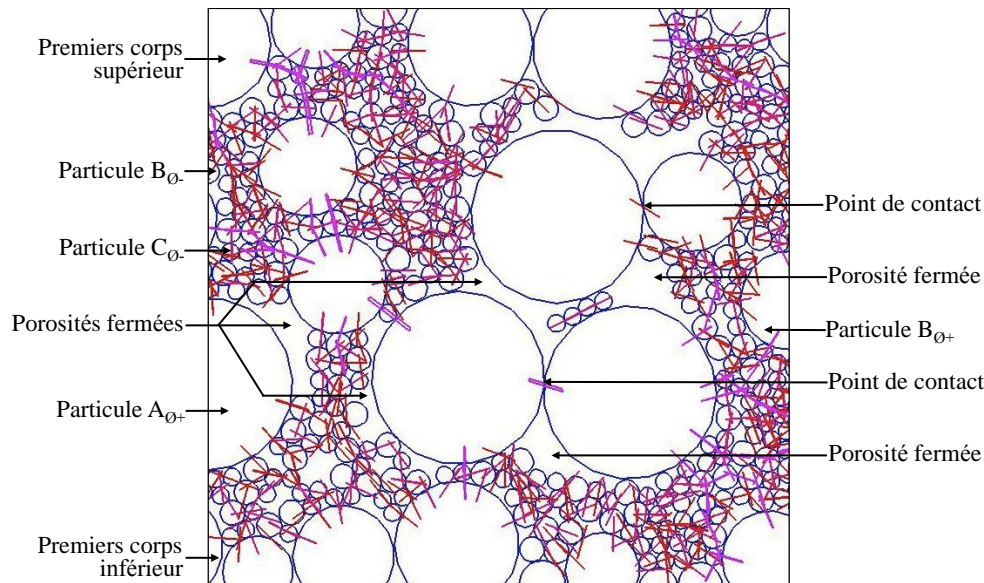


Figure II. 38 : observation de porosités fermées dans l'épaisseur de troisième corps pour des coefficients de frottement locaux et une cohésion inter-particulaire moyens ( $\mu = 0,5$  et  $\gamma = 0,5$ )

Dans l'épaisseur du troisième corps, les efforts locaux atteignent environ 2 000 N pour quelques particules  $A_{0+}$ . De telles valeurs sont atteintes car, pour rappel, les particules présentes dans le contact sont numériquement des particules modèles : rigides. Il n'y a donc pas d'amortissement ou d'accommodation d'effort de la part de ces particules rigides. De plus, en prenant en compte que l'intégralité des particules de troisième corps circule dans cette faible épaisseur, il est possible que ces particules subissent des efforts locaux très supérieurs à la grandeur macroscopique appliquée,  $F_N$ . Sous ces conditions, les particules  $A_{0+}$  transmettent les efforts dans l'épaisseur du troisième corps. Lors du cisaillement du troisième corps, il est possible de modifier ces valeurs d'efforts locaux en observant leur influence sur les débits de particules dans l'épaisseur.

### II.2.3.3. Comportement du propergol sous compression et cisaillement, avec une valeur moyenne de coefficients de frottement locaux et une forte cohésion inter-particulaire

Les coefficients de frottement locaux restent inchangés par rapport à la simulation précédente ( $\mu = 0,5$ ), par contre, la cohésion inter-particulaire est augmentée ( $\gamma = 0,9$ ) pour cette nouvelle simulation (cf. Fig.II. 39).

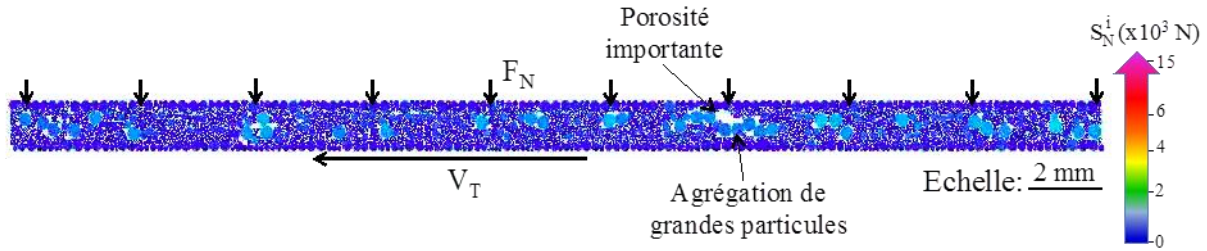


Figure II. 39 : efforts locaux appliqués par cisaillement des particules de troisième corps, avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement locaux et des valeurs élevées de cohésion ( $\mu = 0,5$  et  $\gamma = 0,9$ )

En observant à plus fort grossissement l'agrégat de particules grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ) sur la Figure II. 40, les porosités fermées et ouvertes sont nettement visibles et différenciables. Comme pour l'exemple précédent (cf. Fig.II. 38), les porosités fermées sont entourées de particules de troisième corps qui sont toutes en contact (cf. Fig.II. 40). Ce qui n'est pas le cas des porosités ouvertes, celles-ci présentant un espace ouvert sur les premiers corps (cf. Fig.II. 40).

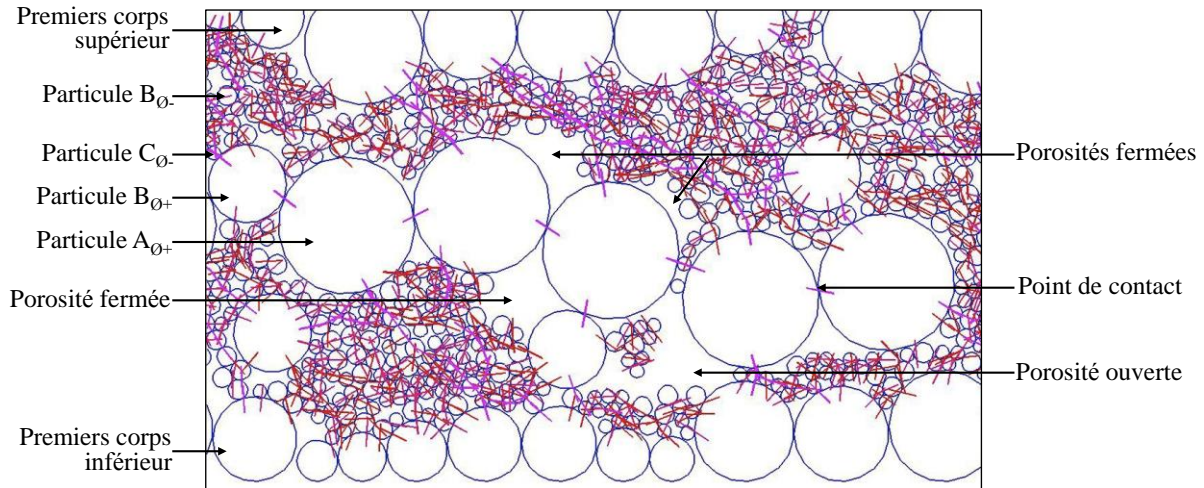


Figure II. 40 : présence de porosités ouvertes et fermées dans l'épaisseur de propergol pour le cisaillement avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement locaux et des valeurs élevées de cohésion inter-particulaire ( $\mu = 0,5$  et  $\gamma = 0,9$ )

La cohésion entre particules de troisième corps a une influence directe sur la taille des porosités fermées dans l'épaisseur de troisième corps : plus les valeurs de la cohésion sont élevées, plus les porosités fermées sont importantes (cf. Fig.II. 40).

Les débits internes de constituants solides ont également lieu pour cette simulation, se caractérisant par la mise en place de la Seg<sub>S/S</sub> : les particules de grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ) migrent des couches supérieure et inférieure vers la couche médiane (cf. Fig.II. 36).

Par ailleurs, le coefficient de frottement macroscopique de cette simulation est légèrement plus élevé que celui de la simulation précédente,  $\mu = 0,41$ , ce qui s'explique par l'écoulement de particules plus discontinu dans l'épaisseur. Ceci est dû à la cohésion inter-particulaire plus forte. Il y a donc plus de résistances au déplacement dans l'épaisseur de troisième corps, ce qui a pour conséquence d'augmenter la valeur du coefficient de frottement macroscopique.

S'il y a un écoulement discontinu de particules dans l'épaisseur lorsque la cohésion inter-particulaire est élevée, qu'en est-il lorsque celle-ci est plus faible ?

#### II.2.3.4. Comportement du propergol sous compression et cisaillement, avec une valeur moyenne de coefficients de frottement locaux et une faible cohésion inter-particulaire

Cette troisième simulation présente donc des valeurs moyennes de coefficients de frottement locaux ( $\mu = 0,5$ ), et une diminution de la cohésion inter-particulaire,  $\gamma = 0,01$  (cf. Fig.II. 41) :

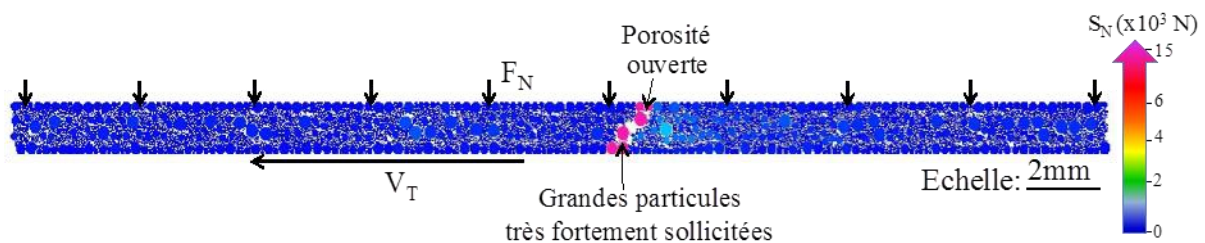


Figure II. 41 : efforts locaux appliqués par cisaillement des particules de troisième corps, avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement locaux et de faibles valeurs de cohésion inter-particulaire ( $\mu = 0,5$  et  $\gamma = 0,01$ )

En observant à plus fort grossissement l'épaisseur du troisième corps sur la Figure II. 42, comme pour l'exemple précédent (cf. Fig.II. 40), des porosités ouvertes et fermées sont identifiables.

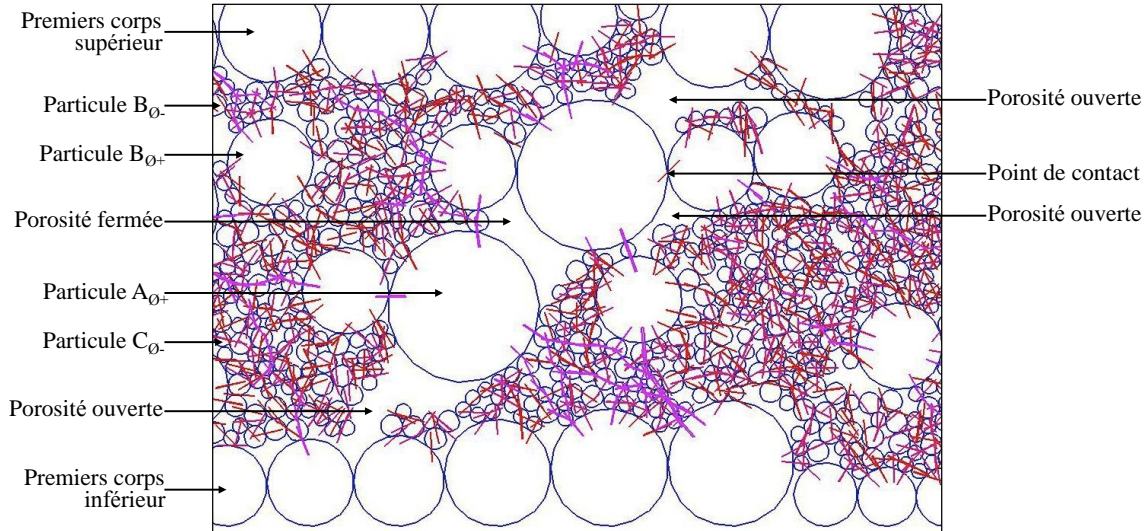


Figure II. 42 : présence de porosités ouvertes et fermées dans l'épaisseur de propergol pour le cisaillement avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement locaux et des valeurs faibles de cohésion inter-particulaire ( $\mu = 0,5$  et  $\gamma = 0,01$ )

Avec de faibles valeurs de cohésion entre particules, il y a très peu de porosités fermées dans l'épaisseur de troisième corps, sous sollicitations tribologiques (cf. Fig.II. 41). Par contre, sur des temps très courts ( $t = 1.10^{-4}$  ms), une concentration des efforts locaux ( $S_{N \max}^i = 15000$  N) sur des particules de grands diamètres ( $A_{0+}$  et  $B_{0+}$ ) permet ponctuellement la création de larges porosités ouvertes dans l'épaisseur. Cette forte concentration d'efforts locaux est due au contact direct des particules  $A_{0+}$  et  $B_{0+}$ , avec les premiers corps et/ou au coincement de ces particules par des pics de rugosités aux parois de premiers corps.

Les particules  $A_{0+}$  et  $B_{0+}$  étant des particules oxydantes organiques [12], elles sont donc fragiles et sujettes à la fracture. Or ces fractures peuvent générer des initiations localisées [10,11,60]. Par ailleurs, le coefficient de frottement macroscopique de ce triplet de matériaux numérique est le plus faible des trois simulations, à savoir  $\mu = 0,34$ . L'écoulement étant plus continu dans le contact, il y a moins de résistances au déplacement dans l'épaisseur de troisième corps, ce qui a pour conséquence de diminuer la valeur du coefficient de frottement macroscopique du troisième corps.



Pendant cette troisième simulation, l'évolution de la distribution des particules  $A_{\emptyset+}$  dans l'épaisseur de troisième corps est la même que celle des précédentes simulations : la  $Seg_{S/S}$  a également lieu avec ces faibles valeurs de cohésion (cf. Fig.II. 36).

Les initiations localisées se formant préférentiellement au sein d'un milieu à forte proportion volumique de particules solides (cf. Chapitre II.1.) dans lesquels se créent ponctuellement des porosités (fermées et ouvertes), ces valeurs locales d'interactions particulières ( $\mu = 0,5$  et  $\gamma = 0,01$ ), obtenues numériquement, reproduisent un comportement macroscopique réaliste du propergol sous sollicitations tribologiques. En effet, le propergol étant hétérogène, même si une grande proportion volumique des constituants fluides est éjectée en dehors du contact pendant la sollicitation en frottement, une faible proportion de ceux-ci reste dans le contact. Alors, localement, il peut y avoir des discontinuités d'écoulement de constituants dues à la présence de porosités ouvertes. Ceci augmente les efforts locaux subis par les particules de plus grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ).

Après avoir constaté l'influence des variations de la cohésion inter-particulaire sur les débits internes de constituants solides dans l'épaisseur de troisième corps, l'augmentation des coefficients de frottement locaux modifieraient-ils aussi fortement ces débits ?

#### II.2.3.5. Comportement du propergol sous compression et cisaillement, avec une forte valeur de coefficients de frottement locaux et une valeur moyenne de cohésion inter-particulaire

Les valeurs suivantes de coefficients de frottement locaux ( $\mu = 0,9$ ), et de cohésion inter-particulaire,  $\gamma = 0,5$  (cf. Fig.II. 43), sont appliquées au cours de cette quatrième simulation.

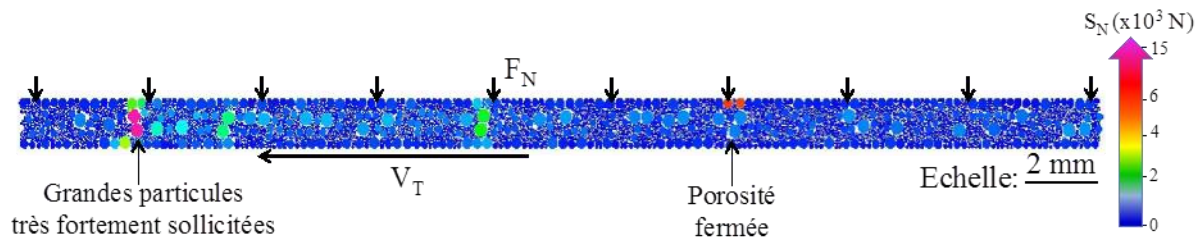


Figure II. 43 : efforts locaux appliqués par cisaillement des particules de troisième corps, avec des valeurs élevées de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion ( $\mu = 0,9$  et  $\gamma = 0,5$ )

Comme pour l'exemple précédent, des porosités ouvertes et fermées sont identifiables dans l'épaisseur du propergol (cf. Fig.II. 44-45). Seulement, celles-ci sont plus petites que celles observées pour le cas précédent.

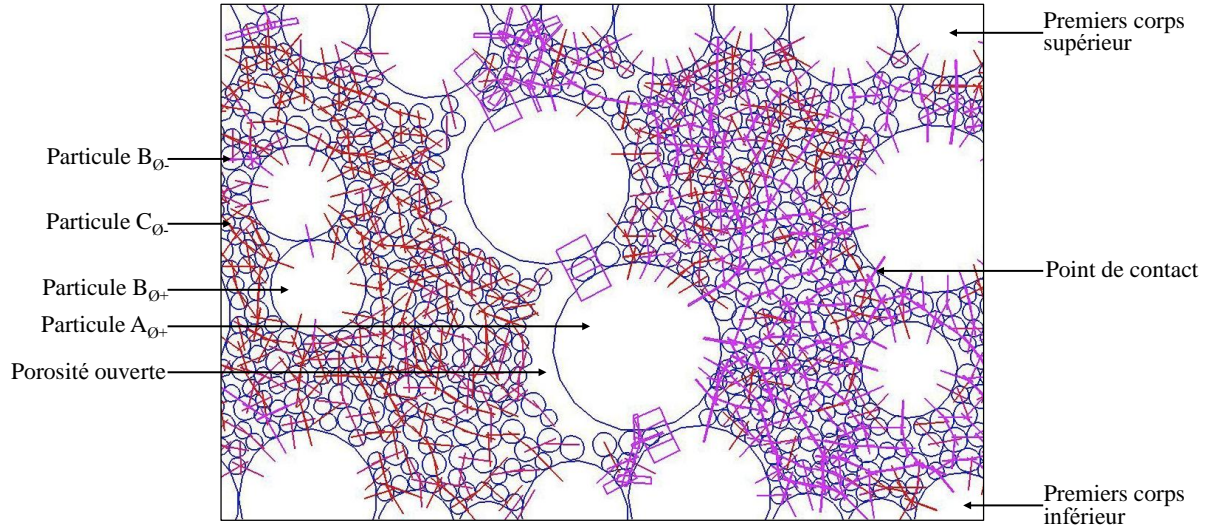


Figure II. 44 : observation à plus fort grossissement de l'épaisseur de propergol au voisinage de deux particules fortement sollicitées, avec des valeurs élevées de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion inter-particulaire ( $\mu = 0,9$  et  $\gamma = 0,5$ )

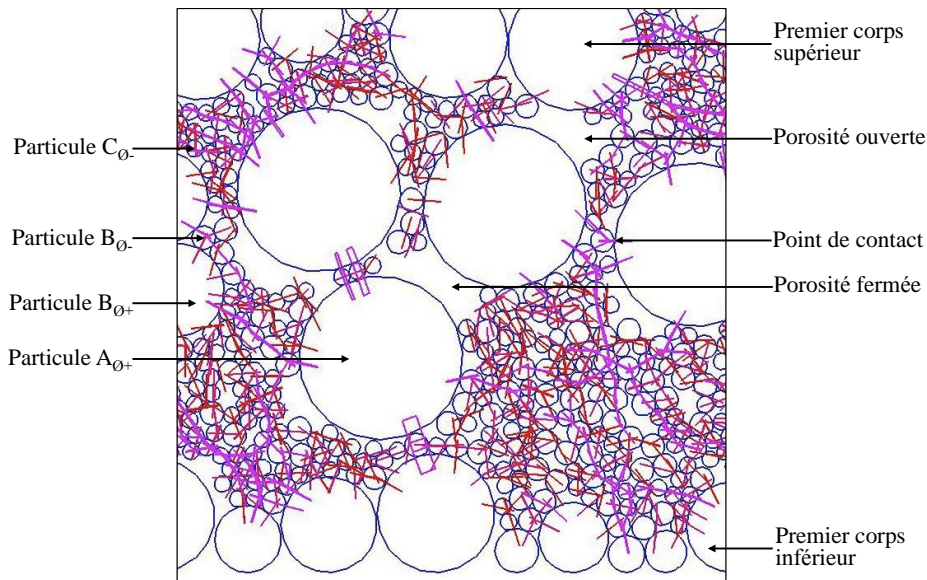


Figure II. 45 : observation à plus fort grossissement de l'épaisseur de propergol au voisinage d'une porosité fermée, avec des valeurs élevées de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion inter-particulaire ( $\mu = 0,9$  et  $\gamma = 0,5$ )

La concentration d'efforts normaux et tangentiels sur les particules  $A_{\emptyset+}$ , se fait au voisinage de pics de rugosité des parois de premiers corps et de porosités ouvertes dans l'épaisseur (cf. Fig.II. 43). Ces efforts locaux atteignent des valeurs très élevées  $S_{N\max} = 15\ 000\text{ N}$ , comparés à  $S_{N\max\text{ Compression}} = 8\ 000\text{ N}$  (cf. Chapitre II.2.3.1 : Fig.II. 34). Cependant, à la différence de la simulation précédente, il existe des porosités fermées sur toute l'épaisseur et toute la longueur du troisième corps. Ceci est peu probable dans la réalité, à cause de la présence en faible proportion volumique de constituants fluides dans le contact, comblant ces porosités fermées. Par ailleurs, l'écoulement étant légèrement plus discontinu dans l'épaisseur de troisième corps que pour la simulation précédente, il y a plus de résistances au déplacement particulaire. Par conséquent, il y a augmentation de la valeur du coefficient de frottement macroscopique du troisième corps ( $\mu = 0,36$ ) par rapport à la simulation précédente ( $\mu = 0,34$ ).

Comme pour les simulations précédentes, la  $\text{Seg}_{S/S}$  a lieu dans l'épaisseur, faisant migrer les particules de plus grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ) des couches supérieure et inférieure vers la couche médiane. Par conséquent, les mêmes phénomènes d'agglomération de particules par géométrie s'opèrent dans toute l'épaisseur du troisième corps.

#### II.2.3.6. Comportement du propergol sous compression et cisaillement, avec une faible valeur de coefficients de frottement locaux et une valeur moyenne de cohésion inter-particulaire

En appliquant de faibles valeurs de coefficients de frottement locaux ( $\mu = 0,1$ ), et des valeurs moyennes de cohésion inter-particulaire,  $\gamma = 0,5$  (cf. Fig.II. 46), à la simulation suivante, nous pourrions étudier l'influence de ces valeurs sur les débits internes de constituants solides.

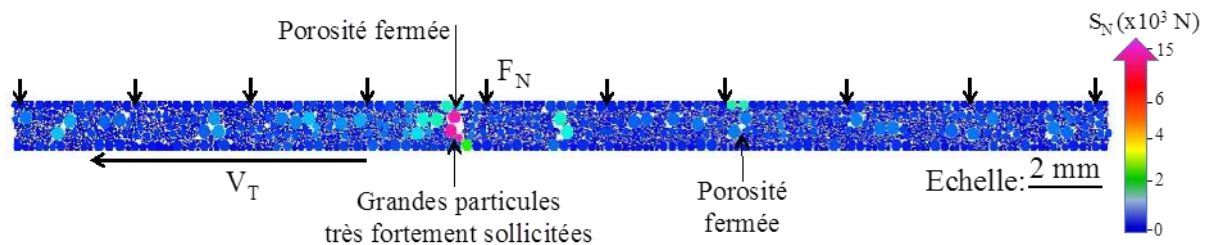


Figure II. 46: efforts locaux appliqués par cisaillement des particules de troisième corps, avec de faibles valeurs de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion ( $\mu = 0,1$  et  $\gamma = 0,5$ )

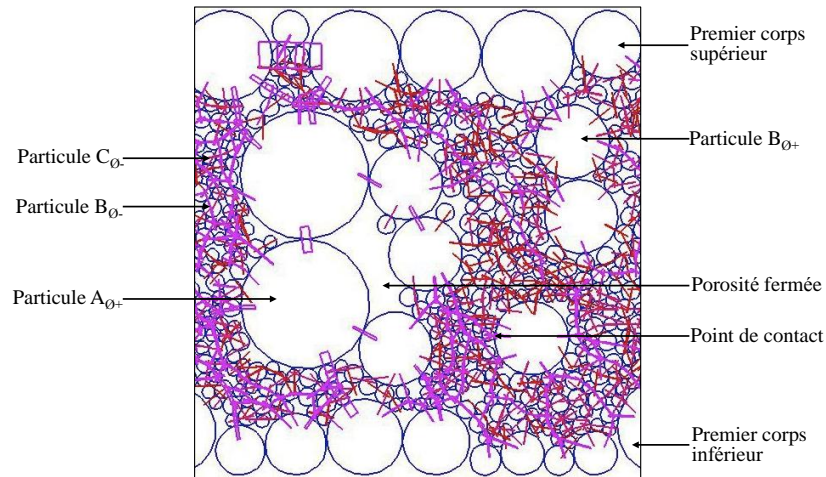


Figure II. 47 : observation à plus fort grossissement de l'épaisseur de propergol au voisinage d'une porosité fermée, avec de faibles valeurs de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion ( $\mu = 0,1$  et  $\gamma = 0,5$ )

En observant à plus fort grossissement l'épaisseur du troisième corps sur la Figure II. 47, une porosité fermée est parfaitement identifiable. Avec cette faible valeur de coefficients de frottement locaux, par rapport à la simulation précédente, une augmentation de la taille des porosités fermées dans l'épaisseur de troisième corps est observée et ceci, sur toute la longueur du troisième corps. Par ailleurs, le coefficient de frottement macroscopique de ce triplet de matériaux numérique est plus élevé que celui du précédent, à savoir  $\mu = 0,40$ . L'écoulement étant plus discontinu dans le contact que la simulation précédente, il y a encore plus de résistance au déplacement dans l'épaisseur de troisième corps, ce qui a pour conséquence d'augmenter la valeur du coefficient de frottement macroscopique du troisième corps.

Comme pour toutes les précédentes simulations, la  $Seg_{S/S}$  a lieu dans l'épaisseur, faisant migrer les particules oxydantes  $A_{O_2}$  des couches supérieure et inférieure vers la couche médiane du troisième corps.



### II.3. Discussions sur l'approche numérique par éléments discrets des sollicitations tribologiques menant à l'initiation généralisée du propergol

Dans ce chapitre, il est montré que la force d'adhésion ( $F_{adh}$ ) entre les particules est considérée comme un paramètre de cohésion ( $\gamma$ ) pour l'écoulement du troisième corps. Ainsi, ce paramètre local a une influence directe sur le comportement global des particules à l'intérieur du contact ; la baisse de cohésion favorise ainsi l'écoulement continu dans le contact avec ponctuellement des discontinuités.

Cette approche numérique des sollicitations tribologiques appliquées par des parois rugueuses à des particules de troisième corps montre que les particules de plus grand diamètre transmettent les efforts normaux et tangentiels à travers l'épaisseur pendant les étapes de compression et de cisaillement. En outre, ce cisaillement active des débits internes de constituants, organisés sous forme de ségrégation entre les constituants solides, notée Seg<sub>S/S</sub>. Cette sélection de constituants solides s'effectue selon leurs géométries respectives, et permet la migration des particules dans l'épaisseur de troisième corps. Ainsi les particules de plus grands diamètres,  $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ , migrent des couches inférieure et supérieure, vers la couche médiane, alors que les particules de petits diamètres,  $B_{\emptyset-}$  et  $C_{\emptyset+}$ , migrent de la couche médiane vers les couches inférieure et supérieure. En modifiant certains paramètres locaux, en diminuant la cohésion et les coefficients de frottement locaux entre les particules, il est possible d'obtenir un écoulement de particules continu accompagné d'une brève concentration d'efforts locaux sur certaines particules ( $t = 1.10^{-4}$  ms). Cette concentration d'efforts locaux ne concerne que les particules de grand diamètre, proches de porosités ouvertes et de pics de rugosité sur les parois des premiers corps. Cette phénoménologie numérique concorde parfaitement avec les hypothèses de scénario d'initiations localisées décrites dans l'approche expérimentale (cf. Chapitre II.1.).

Pour valider cette phénoménologie, l'expertise tribologique après sollicitations de l'aire de contact du propergol doit être menée, par microscopies optique et électronique et analyses EDX (de l'anglais *Energy Dispersive X-ray spectrometry*), après essai sur le dispositif expérimental TriboME.

**CHAPITRE III :**  
**VALIDATION ET SYNTHESE TRIBOLOGIQUE**  
**DU COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE**  
**DU PROPERGOL**

**CHAPITRE III – VALIDATION ET SYNTHESE TRIBOLOGIQUE DU COMPORTEMENT  
MACROSCOPIQUE DU PROPERGOL SOUS SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .... 107**

III.1. PREPARATION POUR OBSERVATION EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE DES ECHANTILLONS DE PROPERGOL .....	111
III.2. OBSERVATION DE LA SECTION 1 DE L’AIRE DE CONTACT DU PROPERGOL, APRES SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .....	111
III.3. OBSERVATION DES SECTIONS 2 ET 4 DE L’AIRE DE CONTACT DU PROPERGOL, APRES SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .....	113
III.4. SYNTHESE SUR LES DEBITS INTERNES DES CONSTITUANTS DU PROPERGOL DANS LES SECTIONS 2 ET 4 DE L’AIRE DE CONTACT, SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .....	120
III.5. OBSERVATION DE LA SECTION 3 DE L’AIRE DE CONTACT DU PROPERGOL, APRES SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .....	121
III.6. IDENTIFICATION DES DEBITS DE CONSTITUANTS ENTRANT EN JEU DANS L’INITIATION LOCALISEE DU PROPERGOL SOUS SOLlicitATIONS TRIBOLOGIQUES .....	123
III.7. CONCLUSIONS .....	126

### Chapitre III. Validation et synthèse tribologique du comportement macroscopique du propergol sous sollicitations tribologiques

L'approche expérimentale initiale a d'abord révélé un premier comportement spécifique du propergol sous sollicitations tribologiques, la  $Seg_{F/S}$ . Cette ségrégation consiste à séparer les constituants fluides des constituants solides (cf. Chapitre II.1.9). Cette ségrégation est donc une conséquence de l'activation d'un premier débit de constituants dans l'aire de contact :  ${}^3Q_e^{fluides}$ . Ainsi, une forte proportion volumique de constituants fluides est éjectée en dehors de l'aire de contact, et une forte proportion de constituants solides demeure dans l'aire de contact. En parallèle, il a été possible d'observer des phénomènes thermiques locaux dans le propergol, dans l'aire de contact (cf. Chapitre II.1.8). Ces phénomènes locaux sont liés à l'activation de débits internes de constituants dans l'épaisseur de propergol.

L'approche numérique de ces sollicitations tribologiques a mis en évidence ces débits internes de constituants favorisant l'organisation de l'épaisseur du propergol en couches superposées, ainsi que l'influence de paramètres locaux d'interactions (cohésion, coefficients de frottement locaux) entre certains constituants solides sur l'écoulement global du propergol dans le contact. Sous conditions tribologiques, les débits suivants ont été établis pour chaque couche de l'épaisseur de propergol :

- pour la couche supérieure :

$${}^3Q_i^3 = {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{B\emptyset-} + {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{C\emptyset-} - {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{A\emptyset+} - {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{B\emptyset+} ;$$

- pour la couche médiane :

$${}^3Q_i^2 = {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{A\emptyset+} + {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{B\emptyset+} + {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{A\emptyset+} + {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{B\emptyset+} - {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{B\emptyset-} - {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{C\emptyset-} - {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{B\emptyset-} - {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{C\emptyset-} ;$$

- pour la couche inférieure :

$${}^3Q_i^1 = {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{B\emptyset-} + {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{C\emptyset-} - {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{A\emptyset+} - {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{B\emptyset+} .$$

Pour valider ces hypothèses d'écoulements internes et d'interactions privilégiées entre constituants solides, l'aire de contact est analysée par microscopie optique, microscopie électronique et EDX, après les sollicitations tribologiques.

Il est tout d'abord possible de lier les observations thermiques et mécaniques d'initiation du propergol avec la morphologie de l'aire de contact observée par microscopie optique après les sollicitations (cf. Chapitre II.1.8-9). Cela permet la séparation en cinq sections de l'aire de contact (cf. Fig.III. 1) :

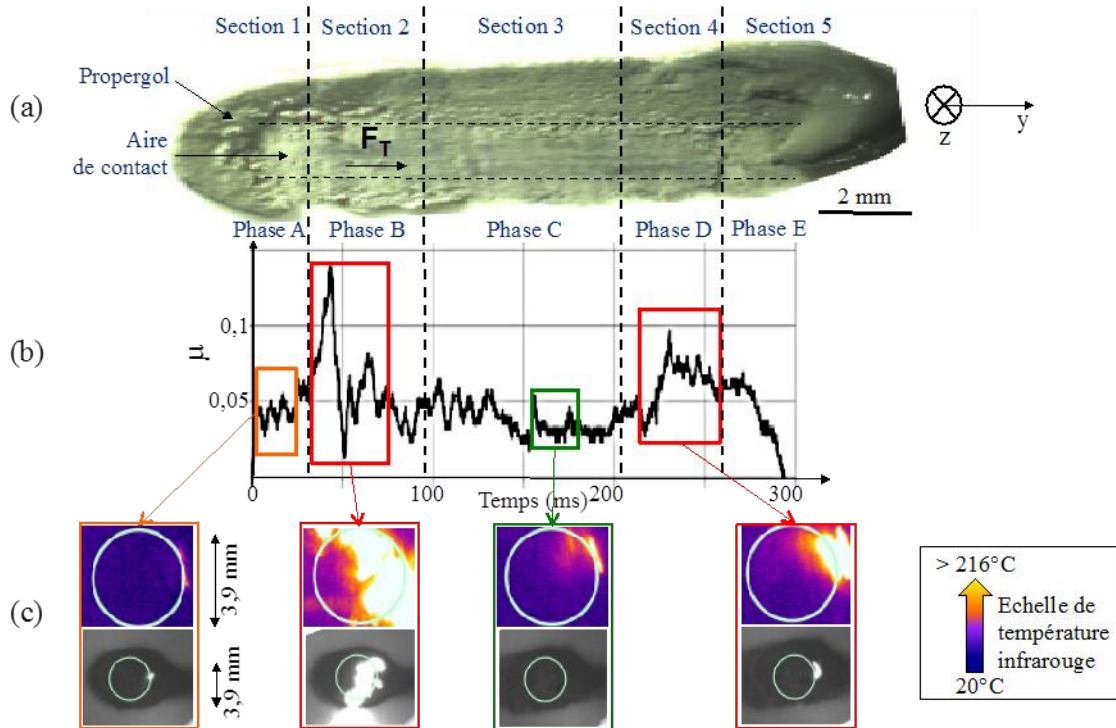


Figure III. 1 : (a) observations optiques de l'aire de contact après sollicitations tribologiques du propergol, (b) évolution du facteur de frottement macroscopique pendant les sollicitations tribologiques, (c) observations thermiques dans l'aire de contact pendant les sollicitations tribologiques

Le propergol présente cinq réponses thermiquement différenciables (cf. Fig.III. 1c) au cours des phases A, B, C, D et E de sollicitations tribologiques (cf. Fig.III. 1b) sur le dispositif TribOME : des initiations localisées à 11 ms et des initiations généralisées à 80 et 230 ms. Les phases B et D, au cours desquelles les initiations généralisées sont observées, présentent de fortes évolutions du facteur de frottement (cf. Fig.III. 1b). Par conséquent, des débits de constituants, voire leur dégradation de surface (déformations plastiques ou fissuration), peuvent être à l'origine des fluctuations du facteur de frottement. Il est donc nécessaire d'investiguer localement l'aire de contact du propergol par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) associée à de l'analyse par Energie Dispersive de rayons X (EDX) des différents constituants, pour mener à bien l'analyse locale des constituants solides et leurs débits ( $^3Q_i^{solides}$ ) dans chacune des sections de surface définies [93].

### III.1. Préparation pour observation en microscopie électronique des échantillons de propergol

Le propergol est un matériau hétérogène : les constituants fluides enrobent les constituants solides. Par conséquent, pour une analyse par microscopie électronique, quelques précautions et préparations des échantillons de propergol sont à entreprendre.

Tout d'abord, les constituants fluides, principaux composés du liant polymérique, ont des propriétés isolantes. Ceci perturbe la circulation des électrons incidents venant du faisceau d'électrons du MEB, et dégrade la qualité de ce type d'imagerie [60]. Aussi, pour s'affranchir de cette mauvaise conduction électronique, une étape préliminaire de métallisation de surface par dépôt de platine est nécessaire. Les réglages en temps et tension de dépôt du métalliseur [94] permettent un dépôt de 90 nm d'épaisseur, favorisant la circulation électronique en extrême surface du propergol.

Ensuite, la visualisation du propergol doit se faire avec un haut niveau de vide dans l'enceinte du MEB (mode « Ultra High Vacuum»), et non pas avec un faible niveau de vide (mode « Low Vacuum ») car les constituants solides  $A_{\emptyset+}$ , sensibles à l'humidité [12-14], pourraient s'initier avec ce dernier mode cité.

### III.2. Observation de la section 1 de l'aire de contact du propergol, après sollicitations tribologiques

La section 1 de l'aire de contact est la section de mise en charge du premier corps supérieur et de mise en mouvement du premier corps inférieur (cf. Fig.III. 1). Une cartographie chimique est réalisée pour l'analyse de cette section par EDX. Les constituants solides étant chacun différenciable par leur élément chimique caractéristique (ceux-ci ne peuvent être précisés, par confidentialité), il n'y a pas de perturbation de la détection EDX, ni de confusion sur la nature des constituants solides observée. En outre, sur la cartographie EDX obtenue, il est possible de colorer les constituants détectés suivant leur élément chimique caractéristique. Le même code couleur que pour l'approche numérique est repris ; les constituants :

- oxydants  $A_{\emptyset+}$  apparaissent en vert ;
- explosifs  $B_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset-}$  apparaissent en rouge ;
- réducteurs  $C_{\emptyset-}$  apparaissent en bleu.

L'analyse EDX de la section 1 de l'aire de contact valide le phénomène de sélection des constituants solides mis en évidence par l'approche numérique (cf. Chapitre II.2.3). En effet, les constituants solides demeurant au centre de l'aire de contact sont majoritairement les constituants réducteurs  $C_{\emptyset}$  (bleu) et explosifs  $B_{\emptyset}$  (rouge), ceux de plus petits diamètres, alors que ceux de plus grands diamètres, les constituants oxydants  $A_{\emptyset+}$  (vert) et explosifs  $B_{\emptyset+}$  (rouge), sont majoritairement repoussés en périphérie de contact (cf. Fig.III. 2a-b).

Cette phase de mise en charge active donc un nouveau débit de constituants solides, noté  ${}^3Q_e^{A_{\emptyset+}}$ , qui éjecte en périphérie de contact les particules oxydantes  $A_{\emptyset+}$ . Ceci constitue la deuxième sélection de constituants s'effectuant dans le volume du propergol, appelée ségrégation solide/solide, notée  $Seg_{S/S}$ . Cette ségrégation sélectionne les constituants solides en fonction de leur géométrie et intervient dès la phase de mise en charge.

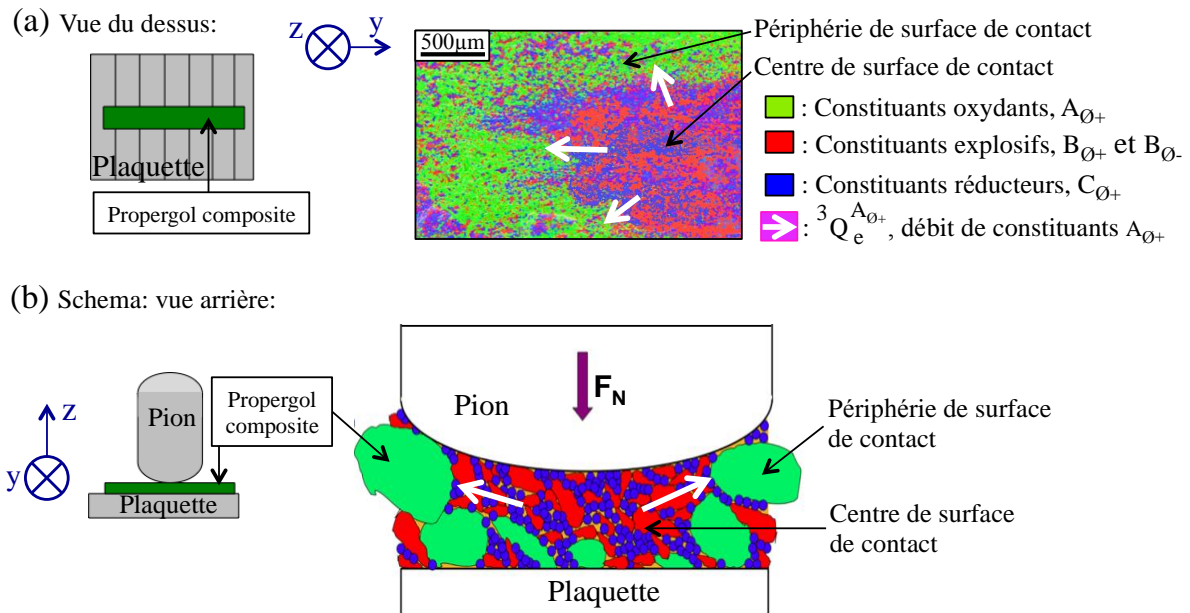


Figure III. 2 : (a) cartographie EDX, en vue du dessus, de la section 1,  
(b) schéma de la vue arrière du propergol dans la section 1

La section 1 de l'aire de contact (cf. Fig.III. 2) met donc en jeu les débits de constituants  ${}^3Q_e^{fluides}$  et  ${}^3Q_e^{A_{\emptyset+}}$ , qui sont tous les deux, des débits d'éjection pour le troisième corps. Ces constituants étant majoritairement éjectés de l'aire de contact lors de la section 1, une forte proportion de ces constituants ne sera donc pas sollicitée dans les sections 2 et 4 de l'aire de contact.

### III.3. Observation des sections 2 et 4 de l'aire de contact du propergol, après sollicitations tribologiques

Les sections 2 et 4 présentent des initiations généralisées du propergol pour respectivement, 80 et 230 ms de sollicitations tribologiques. Les mêmes images par microscopie électronique sont observées pour les deux sections. Ainsi seules les images recueillies pour la Section 2 sont présentées ici (cf. Fig.III. 3).

Le mode Electrons Secondaires (mode SE, pour *Secondary Electron*, en anglais) du MEB est utilisé pour l'observation de la morphologie de ces deux sections de surface de contact.

La Figure III. 3 révèle la morphologie caractéristique de ces deux sections correspondant aux phases B et D de la courbe d'évolution du facteur de frottement macroscopique du triplet 4 (cf. Chapitre II.1.6, Fig.II. 24).

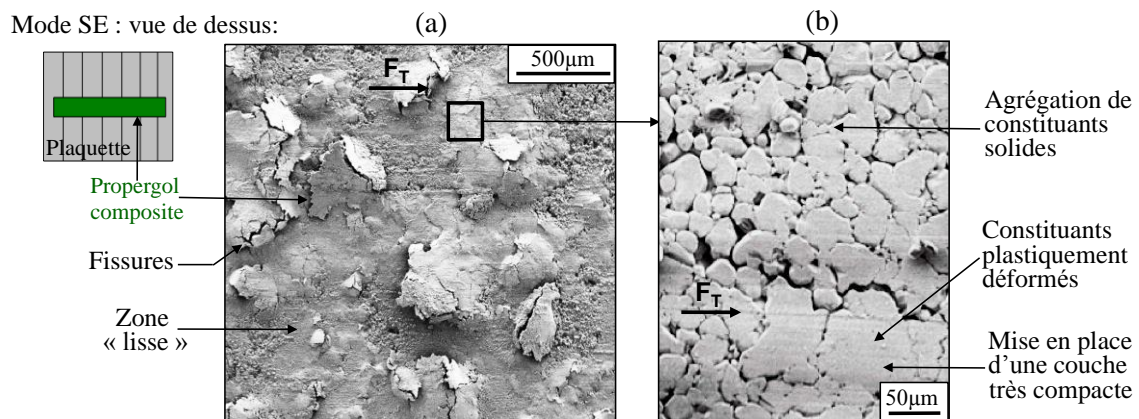


Figure III. 3 : observations au MEB de la Section 2, en mode SE :

(a) observation globale de la section 2 et (b) zoom sur une zone « lisse » de la section 2

Dans les sections 2 et 4, l'aire de contact ayant été asséchée par  $\text{Seg}_{F/S}$ , des fissures du propergol sont observées ainsi que des zones « lisses ». Cette alternance de zones « lisses » et de fissures concrétise à l'échelle macroscopique les débits internes de constituants solides de petits diamètres et les conditions locales de contact.

En effet, la même phénoménologie est observée lorsqu'un matériau énergétique s'initie par impact (cf. Chapitre 1.4) : une fissuration du matériau énergétique intervient lorsque celui-ci est impacté par un projectile [95].



Par conséquent, si l'on considère les fissures comme des déformations plastiques localisées du propergol, alors celui-ci a un comportement tantôt fragile tantôt ductile dans le contact. Ce comportement intervient en fonction du confinement dans lequel il se trouve. Les rugosités de surface des premiers corps peuvent faire varier le confinement du propergol (« stockage » du propergol dans les rugosités de la plaquette), puisqu'il est reconnu que l'apparition de ces fissures en surface du propergol est assimilable à une augmentation de la surface de combustion disponible pour le propergol [95,96].

D'autre part, à plus fort grossissement (cf. Fig.III. 3b), les zones « lisses » observées à la surface du propergol se révèlent être des agrégations de constituants solides déformés plastiquement. Ces déformations plastiques permettent la mise en place d'une couche très compacte en extrême surface. Pour s'en convaincre, la Figure III. 4 présente une zone « lisse » de la section 2 :

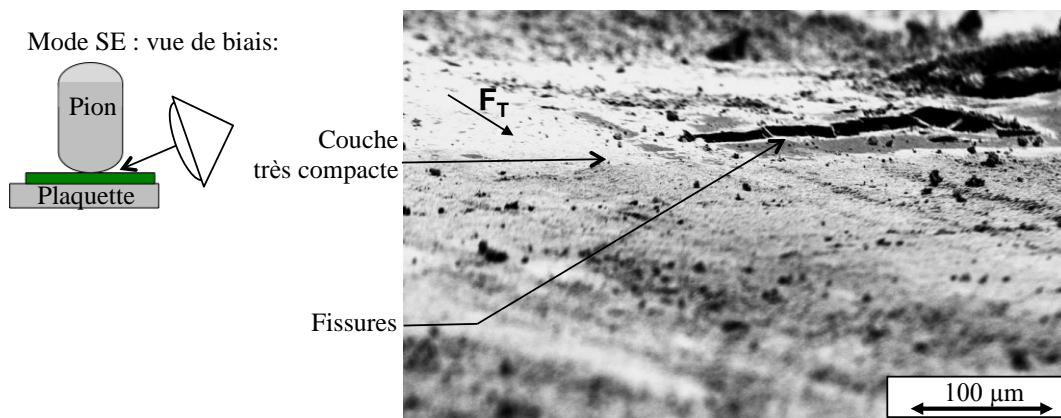


Figure III. 4 : observation d'une couche très compacte présentant des fissures dans la sections 2 de l'aire de contact

Une couche très compacte de constituants solides est observable, ainsi que des fissures (cf. Fig.III. 3a-b). Ces fissures sont des « ouvertures » dans le volume du propergol sollicité. Ces ouvertures peuvent être considérées comme des porosités ouvertes dans le volume de propergol. Elles sont donc assimilables aux porosités ouvertes mises en évidence lors des essais numériques sous les mêmes sollicitations tribologiques (cf. Chapitre II.2.4).

Dans les sections 2 et 4 de l'aire de contact, il est également possible d'observer des décollements de petites plaques de propergol dus à l'initiation généralisée (cf. Fig.III. 5).



Figure III. 5 : observation d'une zone ayant subi une initiation  
dans les sections 2 et 4 de l'aire de contact

Des couches superposées, compactes ou moins compactes, de constituants solides, et des coalescences de fissures [37] apparaissent également. Ces coalescences de fissures ne sont présentes que dans les sections 2 et 4 de l'aire de contact. Elles prouvent une discontinuité ponctuelle du volume de propergol, et donc de son écoulement, dans l'aire de contact. Cette discontinuité d'écoulement met en évidence la variation de cohésion entre constituants solides dans l'aire de contact. En effet, comme observé lors de la simulation numérique, une augmentation de la cohésion inter-particulaire favorise un écoulement discontinu dans le contact (cf. Chapitre II.2.3). D'ailleurs, à cette occasion, il a été observé qu'une forte cohésion inter-particulaire ( $\gamma = 0,9$ ) favorisait la formation de porosités (ouvertes et fermées) dans l'épaisseur de propergol. Il n'est pas rare de trouver dans la littérature que les bords de fissures (porosités ouvertes) et les porosités fermées, issues du cisaillement du propergol, sont des lieux préférentiels de formation des initiations localisées (points chauds) [37,89,90].

Par ailleurs, l'observation de couches superposées est confirmée. En effet, la Figure III. 6 montre bien que le propergol est organisé sous forme d'au moins deux couches superposées de constituants solides. Une couche très compacte de constituants solides déformés plastiquement occupe la couche supérieure du propergol. Sous cette couche très compacte, des constituants solides non déformés et peu agrégés sont observés dans le volume du propergol. Cette couche sous jacente à la couche supérieure très compacte est la couche médiane, bien moins compacte, mis en évidence lors de l'approche numérique de ces sollicitations tribologiques (cf. Chapitre II.2.4).

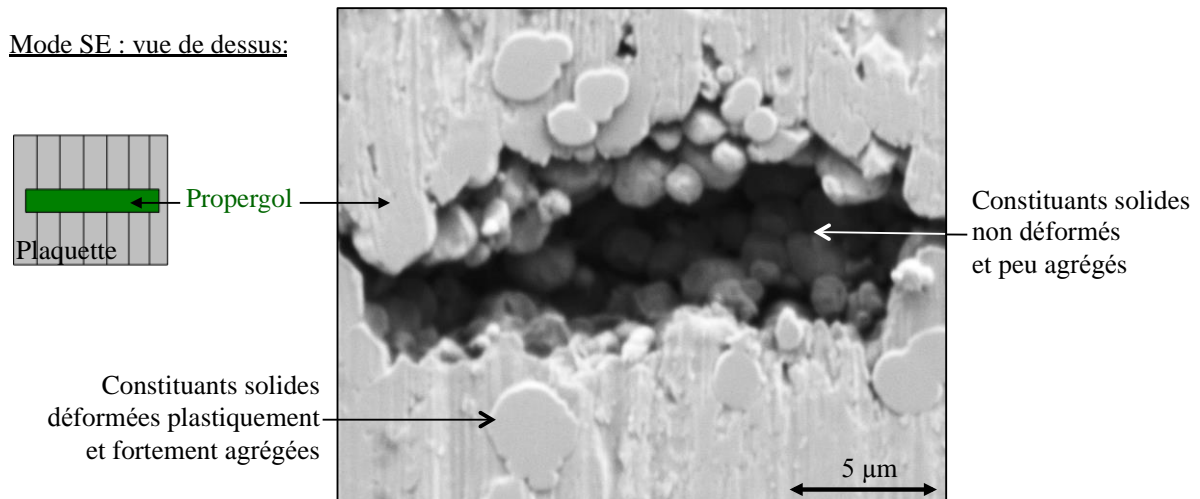


Figure III. 6 : observation d'une fissure dans l'aire de contact

Les déformations plastiques concernent préférentiellement les constituants solides ductiles que sont les particules réductrices  $C_{\emptyset-}$ , mais aussi d'autres constituants solides pouvant subir des changements de phases cristallines pour les plus fragiles d'entre eux, comme les constituants solides explosifs ( $B_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset-}$ ) qui sont des composés organiques [64]. Ces déformations plastiques diminuent la mobilité des constituants solides concernés ( $C_{\emptyset-}$ ,  $B_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset-}$ ), et modifient donc leur déplacement au sein de l'aire de contact [97]. Ces variations d'écoulements sont tout de même relativement classiques en mécanique granulaire, avec la mise en place de 3 couches superposées dans l'épaisseur du propergol. Il y a donc « stratification » de l'épaisseur de propergol [69,98-105], comme il a déjà été présenté au cours de l'approche numérique de ces sollicitations tribologiques.

Par ailleurs, cette variation de mobilité des constituants solides dans l'aire de contact a déjà été l'objet de nombreuses études [98,100,105]. En effet, celle-ci serait due à l'influence de l'ajout d'une faible quantité de phase liquide sur l'écoulement du système granulaire. Ce débit de constituants fluides est un débit interne, noté  $^3Q_i^{fluides}$ . Cette faible proportion volumique de constituants fluides est vecteur de particules de petit diamètre (plus mobiles dans le volume de propergol) et permet la création de ponts liquidiqes entre les constituants solides [70,106]. Ces ponts liquidiqes favorisent fortement l'existence d'une cohésion entre les constituants solides (semblables au paramètre  $\gamma$  de la simulation numérique, cf. Chapitre II.2.1) [101,107]. Il y a donc un rôle double des constituants fluides : ils augmentent la cohésion granulaire et servent de lubrifiant entre les constituants solides [107]. C'est le « shear-thinning effect » des matériaux granulaires [108]. Nonobstant le peu de connaissance sur les forces de cohésion existant entre ces constituants solides [109], l'approche numérique a montré que ces

interactions locales influaient sur l'écoulement globale du propergol sous sollicitations tribologiques. Ainsi, en comparant les résultats issus de la littérature avec ceux issus de l'approche numérique, nous pouvons déduire qu'il existe une variation de cohésion inter-particulaire dans l'épaisseur du propergol cisailé. Il y aurait donc, au sein de la couche compacte de propergol, une forte cohésion inter-particulaire, expliquant l'agrégation inter-particulaire. A contrario, dans le volume de propergol, où les particules sont peu agrégées (cf. Fig.II. 37, Chapitre II.2.3), il y aurait une plus faible cohésion inter-particulaire.

L'organisation caractéristique du propergol en couches superposées est confirmée par la Figure III. 7, présentant une fissure vue de profil au MEB en mode SE, et l'analyse EDX de celle-ci. La Figure III. 7a montre que les porosités ouvertes (fissures de surface) peuvent coalescer [37,89]. Ces dernières déterminent la vitesse de combustion du propergol. Donc plus elles sont étendues, plus le propergol brûle rapidement. Par conséquent, s'il y a création de surface de combustion, il y a augmentation de l'amorçabilité du propergol [12]. De plus, il est possible d'affirmer que la couche supérieure du propergol est exclusivement composée de constituants solides de petits diamètres : les constituants explosifs  $B_{\emptyset-}$  et les constituants réducteurs  $C_{\emptyset-}$  (cf. Fig.III. 7b-c), qui subissent ces déformations plastiques (cf. Fig.III. 7d). Ceci valide donc les débits de constituants établis lors de l'approche numérique (cf. Chapitre II.2.4), pour cette couche supérieure :

$$^3Q_i^3 = ^3Q_{2 \rightarrow 3}^{B_{\emptyset-}} + ^3Q_{2 \rightarrow 3}^{C_{\emptyset-}} - ^3Q_{3 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} - ^3Q_{3 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}}.$$

En outre, une couche médiane moins compacte que la couche supérieure, présentant des constituants solides peu agrégés, est également observée (cf. Fig.III. 7b-c). Cette baisse de compacité indique que la couche médiane possède des porosités fermées (cf. Fig.III. 7e). Cette couche est majoritairement constituée de constituants solides de plus grands diamètres : les constituants oxydants  $A_{\emptyset+}$  et explosifs  $B_{\emptyset+}$ . Les débits de constituants établis lors l'approche numérique (cf. Chapitre II.2.4), pour cette couche, sont aussi validés :

$$^3Q_i^2 = ^3Q_{1 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} + ^3Q_{1 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} + ^3Q_{3 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} + ^3Q_{3 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} - ^3Q_{2 \rightarrow 1}^{B_{\emptyset-}} - ^3Q_{2 \rightarrow 1}^{C_{\emptyset-}} - ^3Q_{2 \rightarrow 3}^{B_{\emptyset-}} - ^3Q_{2 \rightarrow 3}^{C_{\emptyset-}}.$$

Ces porosités fermées créent également des surfaces de combustion potentielles, en cas d'initiation localisée. De plus, il faut garder à l'esprit qu'un constituant solide de type explosif ( $B_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset-}$ ) qui réagit est le site de création d'initiations localisées microscopiques [60]. Ces derniers coalescent et rendent le constituant solide poreux [60]. Les gaz de décomposition formés peuvent s'accumuler dans les porosités fermées créées au sein même du constituant solide, la taille des porosités fermées est d'environ  $0,01\mu\text{m}$  [60], et modifier les propriétés énergétiques du propergol [107].

Il ne suffit alors théoriquement que de  $10^{-7}$  s [110,111] pour qu'une initiation localisée ait lieu. Ceci confirme les conclusions de l'approche numérique des sollicitations tribologiques d'un propergol. En effet, l'organisation en couches superposées dans l'épaisseur du propergol, issue de l'activation des débits de constituants  ${}^3Q_i^{fluide}$ ,  ${}^3Q_i^1$ ,  ${}^3Q_i^2$ ,  ${}^3Q_i^3$ , est observée par microscopie électronique et représentée sur la Figure III. 7e.

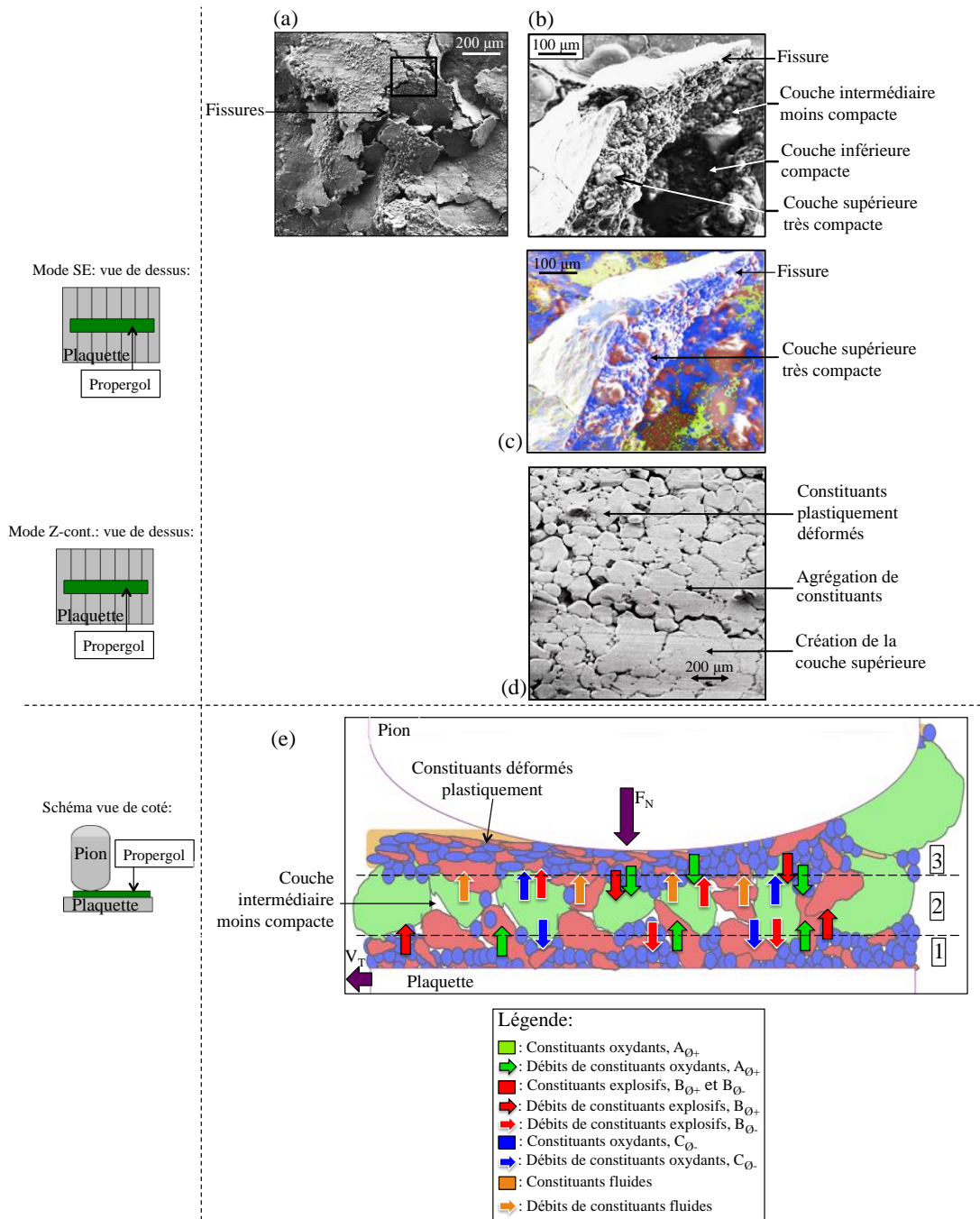


Figure III. 7 : observation d'une fissure de surface de propergol

- (a) coalescence de fissures, (b) fissure de surface observée au MEB, en mode SE  
(c) fissure de surface observée par EDX, (d) formation de la couche supérieure par agrégation de constituants et, (e) schéma de profil de l'épaisseur du propergol, organisé en couches superposées

Ces débits de constituants s'accompagnant de déformations plastiques des constituants solides  $B_{\emptyset}$  et  $C_{\emptyset}$ , ils augmentent la compacité de la couche supérieure. Par conséquent, ce troisième comportement caractéristique du propergol sous sollicitations tribologiques est appelé agrégation plastifiante, notée  $Ag_{Plast}$ .

Cette  $Ag_{Plast}$  présente donc des couches supérieure et inférieure très compactes, appelées aussi couches « solides » (en anglais : « solid-like ») [71], en raison du peu de mobilité des constituants solides de cette couche. Cette faible mobilité particulaire ne favorise pas les chocs inter-particulaires [70,71,105,112].

En revanche, ces chocs inter-particulaires sont plus importants dans la couche médiane appelée couche « liquid-like » [71], « couche de cisaillement » [112] ou « bande de cisaillement » [113]. Des études [69] ont montré que cette augmentation du taux de chocs inter-particulaires faisait diminuer le facteur de frottement microscopique entre les constituants solides. Ceci est dû à la baisse de cohésion entre les constituants solides qui favorise la mobilité de ces constituants. C'est cette mobilité qui accroît le taux de chocs inter-particulaires dans la couche médiane. La présence de porosités (fermées ou ouvertes) dans l'épaisseur, favorisant cette mobilité particulaire, est donc raisonnable et confirmée par l'approche numérique (cf. Chapitre II.2.4.). Par conséquent, il est possible de conclure que cette couche médiane, présentant une mobilité particulaire ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ) plus importante, due à la présence de porosités, est le lieu préférentiel des initiations localisées du propergol.

Les constituants  $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ , dont la capacité d'auto-initiation sous cisaillement est avérée [60,65-68], sont les constituants majoritaires de cette couche. Il reste toutefois très difficile d'observer des initiations de ces constituants car leur décomposition est très rapide ( $t = 10^{-7}$  s) et irréversible (sublimation des constituants  $B_{\emptyset+}$ ) [60]. Les débits respectifs de chaque constituant, dans chaque couche du propergol, peuvent donc être schématisés sur la Figure III.7e.



### III.4. Synthèse sur les débits internes des constituants du propergol, dans les sections 2 et 4 de l'aire de contact, après sollicitations tribologiques

Le débit interne de constituants fluides,  ${}^3Q_i^{fluide}$ , étant vecteur de constituants de petit diamètre, il participe aux débits internes de constituants solides de petit diamètre. En effet, cet écoulement interne  ${}^3Q_i^{fluide}$ , va de la sous-surface vers l'extrême surface du propergol. Cet écoulement confère de la compacité à l'extrême surface du propergol en s'insérant entre les particules, et crée des porosités fermées dans la couche sous-jacente, majoritairement composée des constituants solides de plus grands diamètres. Il y a donc un assèchement de la couche médiane. Or, comme l'ont démontré différentes études, il est plus aisé d'initier des constituants solides en l'absence de ces constituants fluides, qu'en leur présence [48]. Par ailleurs, il est démontré dans la littérature [52], que pour une initiation par impact des propergols composites, si les constituants solides de type  $A_{\emptyset+}$  sont les plus fragiles, mais aussi le lieu préférentiel des concentrations d'efforts mécaniques (cf. Chapitre II.2.4), alors l'échauffement par compression des porosités fermées ou déformation plastique de ces constituants solides amorce leur décomposition chimique exothermique [6,47,52]. Des initiations localisées sont alors activées chimiquement et génèrent localement des gaz sous haute pression [52]. Si des constituants fluides sont disponibles entre les constituants solides, alors la croissance des initiations localisées puis l'initiation généralisée du propergol peuvent prendre place [52].

Ainsi, sous sollicitations tribologiques, le propergol est sujet à d'importants débits internes de constituants solides ( ${}^3Q_i^{solides}$ ) dans son épaisseur. Ces débits permettent l'arrangement de l'épaisseur du propergol en trois couches superposées ( ${}^3Q_i^1$ ,  ${}^3Q_i^2$ ,  ${}^3Q_i^3$ ), différenciables par leurs taux de chocs inter-particulaires respectifs. En effet, dans les couches inférieure et supérieure ( ${}^3Q_i^1$  et  ${}^3Q_i^3$ ), à cause d'une faible mobilité des particules  $B_{\emptyset-}$  et  $C_{\emptyset-}$ , le taux de chocs entre ces particules est faible. A contrario, ce taux est plus élevé dans la couche médiane ( ${}^3Q_i^2$ ) entre les particules  $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ . Pour ces raisons, cette couche médiane dans l'épaisseur du propergol est considérée comme le lieu préférentiel d'initiatives localisées du propergol sous sollicitations tribologiques.

### III.5. Observation de la section 3 de l'aire de contact du propergol, après les sollicitations tribologiques

Comme décrit précédemment pour les sections 2 et 4, les constituants fluides sont vecteurs de constituants solides de petits diamètres, de la couche médiane vers l'extrême surface du propergol ( $Ag_{plast}$ ) [114]. Ainsi, dans la section 3, majoritairement située au milieu de l'aire de contact, le phénomène d' $Ag_{plast}$  génère un film fluide en extrême surface du propergol, issu du débit interne des constituants fluides,  ${}^3Q_i^{fluides}$  (cf. Fig.III. 8).

Après vieillissement de l'échantillon de propergol, il y a cristallisation du film fluide. Ce dernier devient un réseau de cristaux en feuillets (cf. Fig.III. 9a-b). Par conséquent, l'excès de débit de constituants fluides,  ${}^3Q_i^{fluides}$ , à l'extrême surface de la couche supérieure, crée un film fluide qui cristallise sous forme de cristaux en feuillets (cf. Fig.III. 9b-d).

Ces cristaux (de densité surfacique approximative :  $1 \times 10^{-7} \text{ m}^2$ ) n'apparaissent que dans la section 3 de l'aire de contact. Donc le film fluide n'est présent, en extrême surface, que dans cette section (cf. Fig.III. 8c – 9c).

Ce film fluide tend à lubrifier l'interface de contact entre les premiers corps et le propergol, ce qui le désensibilise localement. Cette lubrification interne de l'aire de contact est un comportement classique dans l'étude du comportement rhéologique d'une pâte dense solide-liquide tel que le propergol étudié [6,115] et explique la quasi absence d'initiations généralisées observées dans la section 3 de l'aire de contact (cf. Chapitre II.1.8 : Fig.II. 27).

Ainsi, si le débit de constituants fluides diminue l'amorçabilité du propergol en extrême surface, il a par contre tendance à l'augmenter dans son volume au niveau de sa couche médiane. Il est donc nécessaire d'effectuer la synthèse des débits de constituants pouvant augmenter l'amorçabilité du propergol en générant initiations localisées.



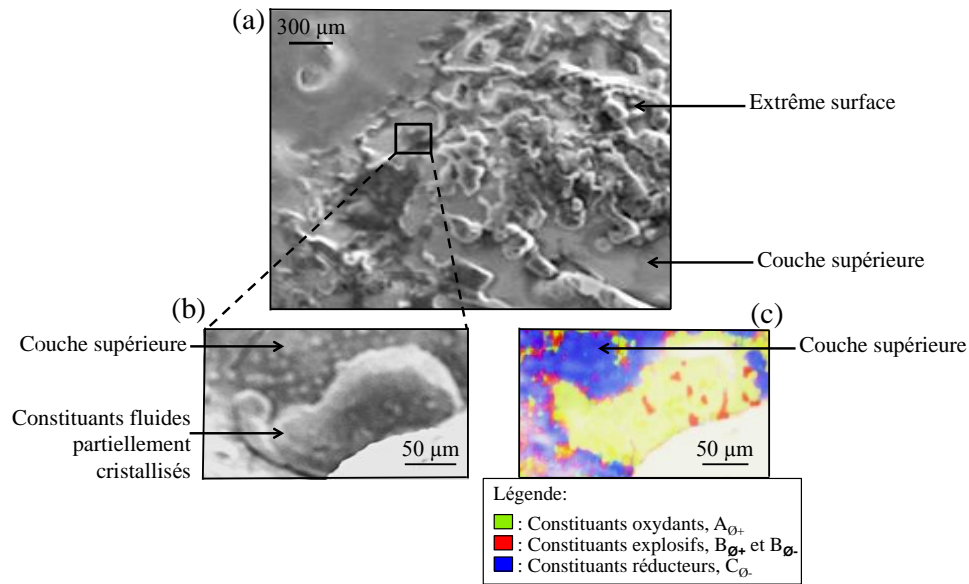


Figure III. 8 : (a) section 3 de l'aire de contact, 5 jours après les sollicitations tribologiques du propergol (MEB en mode SE), (b) zoom sur une zone du film fluide (MEB en mode SE), et (c) zoom sur une zone du film fluide (Analyse EDX)

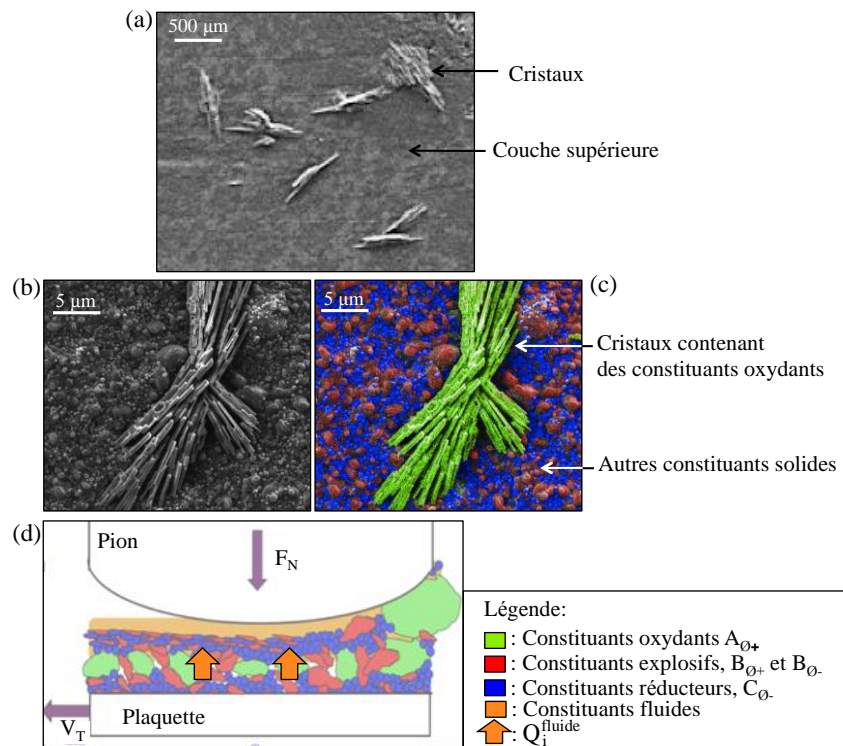


Figure III. 9 : (a) section 3 de l'aire de contact, 5 jours après les sollicitations tribologiques du propergol (vue en mode SE), (b) zoom sur un cristal de constituants oxydants (vue en mode SE), (c) zoom sur un cristal de constituants oxydants (vue en analyse EDX), (d) schéma des écoulements internes intervenant dans la section 3

### III.6. Identification des débits de constituants entrant en jeu dans l'initiation localisée du propergol sous sollicitations tribologiques

Trois comportements caractéristiques du propergol sous sollicitations tribologiques ont été mis en évidence avec des modélisations élémentaire tant expérimental que numérique : la ségrégation fluide/solide ( $Seg_{F/S}$ ), la ségrégation solide/solide ( $Seg_{S/S}$ ) et l'agrégation plastifiante ( $Ag_{Plast}$ ). Ces comportements sont en réalité des conséquences de l'activation de débits internes de constituants du propergol. Ceux qui jouent un rôle dans l'augmentation de l'amorçabilité du propergol sont les suivants :

- ${}^3Q_e^{fluides}$  étant le débit d'éjection des constituants fluides en dehors de l'aire de contact, celui-ci intervient lors de la phase de mise en charge du premiers corps supérieur et pendant toute la durée de la sollicitation (cf. Chapitre II.1.9). Il a pour conséquence l'assèchement global du propergol dans l'aire de contact, modifiant ainsi les proportions de constituants circulant dans le contact ( $Seg_{F/S}$ ). En effet, une forte proportion des constituants du propergol, subissant les sollicitations tribologiques, est donc de nature solide. L'ensemble des débits internes de constituants solides dans le contact est noté  ${}^3Q_i^{solides}$ . Ceux-ci se divisent selon les diamètres de particules considérés, tel que :

$${}^3Q_i^{solides} = {}^3Q_i^{\emptyset+} + {}^3Q_i^{\emptyset-},$$

avec  ${}^3Q_i^{\emptyset+}$  représentant le débit de constituants solides de grands diamètres

et  ${}^3Q_i^{\emptyset-}$  représentant le débit de constituants solides de petits diamètres.

Or, nous avons vu que ces deux débits de constituants solides génèrent la  $Seg_{S/S}$  dans l'épaisseur du propergol, éjectant en périphérie de l'aire de contact les constituants solides de grands diamètres. Par conséquent, les constituants solides de petits diamètres sont majoritaires dans l'aire de contact. Le débit interne des constituants solides de petits diamètres est de fait plus important que celui des constituants solides de grands diamètres, se retrouvant en plus faibles proportions. Pour rappel, l'objectif est de connaître les débits de constituants menant à l'initiation généralisée du propergol de façon quasi systématique, au cours de la phase B d'évolution du facteur de frottement, soit entre 50 et 100 ms de sollicitations tribologiques. Ainsi, seule l'évolution des débits de troisième corps, lors des phases de mise en charge et de début de sollicitation des premiers corps, est présentée (entre 0 et 50 ms) sur la Figure III. 10. Il est utile de rappeler que d'autres débits existent dans le contact, tels que le débit source externe de constituants définissant le débit de constituants du propergol entrant dans le

contact comme la somme des débits sources externes de constituants fluides d'une part, et de constituants solides d'autre part :  ${}^3Q_s^e = {}^3Q_s^{e(fluides)} + {}^3Q_s^{e(solides)}$ .

Le contact active par ailleurs les débits d'éjection ( ${}^3Q_e$ ) et les débits internes ( ${}^3Q_i$ ) de constituants fluides et solides du propergol, issus de ces débits externes :

$${}^3Q_s^e = {}^3Q_e + {}^3Q_i = {}^3Q_e^{fluides} + {}^3Q_e^{solides} + {}^3Q_i^{fluides} + {}^3Q_i^{solides}$$

L'objectif étant de comprendre les interactions locales entre constituants fluide et solides du propergol sous conditions tribologiques, seuls les débits internes de constituants sont donc à prendre en compte, à savoir  ${}^3Q_i^{fluides}$  et  ${}^3Q_i^{solides}$ . La sollicitation du propergol étant un cisaillement s'effectuant sur un trajet aller unique, sur le dispositif TriboME, le débit d'éjection de constituants peut être assimilé à un débit d'usure de ces constituants :

$${}^3Q_e^{fluides} = {}^3Q_u^{fluides} \text{ et } {}^3Q_e^{solides} = {}^3Q_u^{solides}.$$

En effet, les constituants éjectés du contact n'entreront pas de nouveau dans l'aire de contact.

Le débit de recirculation des constituants est donc nul :  ${}^3Q_r^{fluides} = {}^3Q_r^{solides} = 0$ .

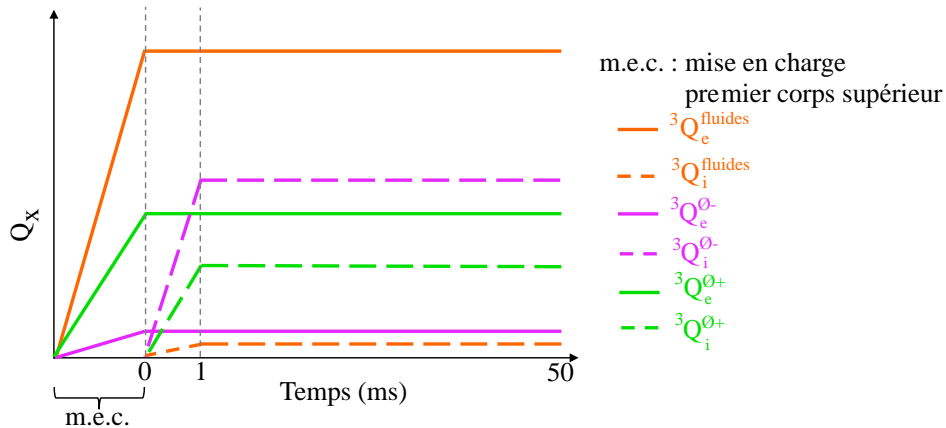


Figure III. 10 : Courbes d'évolution globale des débits de constituants du propergol menant à son initiation sous conditions tribologiques

-  ${}^3Q_i^{solides}$  représente l'ensemble des débits internes de constituants solides dans le contact. La couche supérieure subit les plus fortes déformations plastiques (cf. Chapitre III.3 : Figure III. 6) et partage la même composition que la couche inférieure : des constituants solides de petits diamètres ( $B_{\emptyset}$  et  $C_{\emptyset}$ ) et une faible proportion volumique de constituants fluides. Ces couches sont appelées sites préférentiels de présence des constituants  $B_{\emptyset}$  et  $C_{\emptyset}$ . Il y a donc une augmentation du débit de ces constituants, pendant les sollicitations tribologiques, dans ces deux couches :  ${}^3Q_1^{\emptyset-}$ ,  ${}^3Q_3^{\emptyset-}$ . La couche supérieure s'est distinguée par sa forte compacité (cf. Chapitre III. 3) due à la création de ponts liquides [29], issus de la

migration d'une faible proportion de constituants fluides,  ${}^3Q_i^{fluides}$ . Par conséquent, ce débit augmente dans cette couche supérieure, pendant les sollicitations tribologiques ( ${}^3Q_3^{fluides}$ ).

La couche médiane subit quant à elle la migration des constituants fluides vers la couche supérieure, ce qui crée des porosités fermées. Dans cette couche, le débit de constituants fluides diminue pendant les sollicitations tribologiques. Il y a donc une baisse de la cohésion entre les constituants solides de grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ) présents dans cette couche, ce qui favorise les chocs inter-particulaires (cf. Chapitre II.2.4). D'ailleurs ces constituants de grands diamètres migrent dans cette couche médiane (cf. Chapitre II.2., Fig.II. 36). Il y a donc une augmentation des débits de ces constituants pendant les sollicitations tribologiques ( ${}^3Q_2^{\emptyset+}$ ), dans cette couche. Les équations de débits s'écrivent donc comme suit, pour chaque couche de l'épaisseur de propergol :

- pour la couche supérieure (couche n°3) :

$${}^3Q_i^3 = {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{B_{\emptyset-}} + {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{C_{\emptyset-}} + {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{fluides} - {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} - {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}}$$

- pour la couche médiane (couche n°2) :

$${}^3Q_i^2 = {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} + {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} + {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} + {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} + {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{fluides} - {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{B_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{C_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{B_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{C_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{fluides}$$

- pour la couche inférieure (couche n°1) :

$${}^3Q_i^1 = {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{B_{\emptyset-}} + {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{C_{\emptyset-}} - {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} - {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} - {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{fluides}$$

L'évolution des débits internes de constituants du propergol sous conditions tribologiques menant à son initiation peut donc être présentée en fonction de la couche considérée (cf. Fig.III. 11).

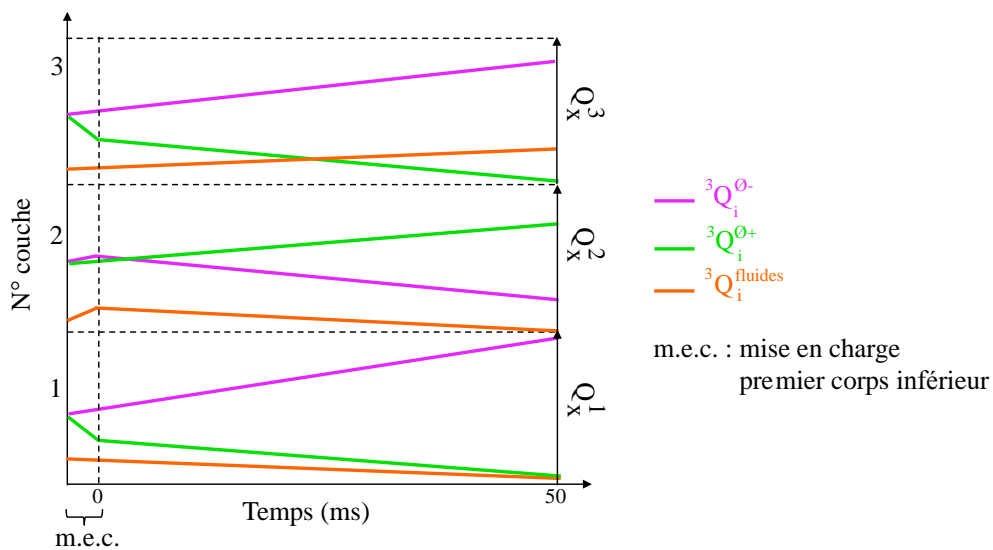


Figure III. 11 : courbes d'évolution des débits internes de constituants solides, dans les couches superposées du propergol, menant à son initiation sous conditions tribologiques

Le propergol est donc sujet à des interactions entre constituants qui ont été sélectionnés dans son volume, particulièrement dans la couche médiane où les constituants solides de grands diamètres bénéficient de plus de mobilité par la présence de porosités fermées. Ces interactions entre constituants de grands diamètres permettent l'évolution des porosités fermées en porosités ouvertes, pouvant créer des initiations localisées (cf. Chapitre II.1.8.). L'influence de ces initiations localisées sur l'amorçabilité globale du propergol est importante puisque par leur coalescence, les initiations localisées augmentent ponctuellement la température du propergol, modifiant ainsi ses propriétés de stabilité thermique.

### III.7. Conclusions

Après les sollicitations tribologiques, l'observation de l'aire de contact du propergol a permis de valider les débits de constituants définis lors de l'approche numérique (cf. Chapitre II.2.3). En effet, trois couches superposées de constituants solides du propergol ont été observées (cf. Chapitre III.3). En outre, il est apparu que la couche supérieure est issue de l'agrégation plastifiante ( $Ag_{Plast}$ ) des constituants solides présents dans cette couche, ceci étant donc le troisième comportement caractéristique du propergol sous sollicitations tribologiques, les deux premiers étant  $Seg_{F/S}$  et  $Seg_{S/S}$ . Les constituants solides ( $B_{\emptyset-}$  et  $C_{\emptyset-}$ ) de cette couche supérieure sont clairement identifiés par l'analyse EDX. La présence exclusive de constituants de petits diamètres dans la couche supérieure est la conséquence de la migration des constituants solides de grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ) dans la couche médiane qui est moins compacte que la couche supérieure. Le phénomène de migration inverse s'effectue pour les constituants solides de petits diamètres ( $B_{\emptyset-}$  et  $C_{\emptyset-}$ ). Ces mouvements de particules constituent les débits internes.

Cette validation expérimentale de l'existence des débits de constituants solides sous sollicitations tribologiques est complémentaire de l'approche numérique décrite dans le Chapitre II.2. En effet, l'influence des débits internes de constituants fluides est désormais accessible. Malgré leur faible proportion dans le contact, consécutive à la  $Seg_{F/S}$ , les constituants fluides migrent vers l'extrême surface du propergol jusqu'à former un film fluide, composé de particules  $A_{\emptyset+}$  dissoutes. Cette migration « fluide » s'accompagne d'une baisse de compacité de la couche médiane par création de porosités fermées, ainsi que d'une augmentation de la compacité de la couche supérieure par création de ponts liquidiqes entre

les particules. Les débits internes de constituants sont donc définis (cf. Chapitre III.6) pour la mise en place des couches superposées dans l'épaisseur du propergol (cf. Fig.III. 12) :

$$\text{- pour la couche supérieure : } {}^3Q_i^3 = {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{B_{\emptyset-}} + {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{C_{\emptyset-}} + {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{fluides} - {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} - {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}}$$

La couche supérieure est donc une couche compacte ( $\gamma$  élevée) et majoritairement composée de constituants solides de petits diamètres ( $B_{\emptyset-}$  et  $C_{\emptyset-}$ ), avec à son extrême surface les constituants fluides provenant des couches inférieures (cf. Fig.III. 12).

- pour la couche médiane :

$${}^3Q_i^2 = {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} + {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} + {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} + {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} + {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{fluides} - {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{B_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{C_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{B_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{C_{\emptyset-}} - {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{fluides}$$

La couche médiane est elle bien moins compacte ( $\gamma$  plus faible) et majoritairement composée de constituants solides de grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ) provenant des couches supérieure et inférieure (cf. Fig.III. 12).

$$\text{- pour la couche inférieure : } {}^3Q_i^1 = {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{B_{\emptyset-}} + {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{C_{\emptyset-}} - {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{A_{\emptyset+}} - {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{B_{\emptyset+}} - {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{fluides}$$

La couche inférieure est plus compacte que la couche médiane ( $\gamma$  plus élevée) et majoritairement composée de constituants solides de petits diamètres ( $B_{\emptyset-}$  et  $C_{\emptyset-}$ ) provenant de la couche médiane (cf. Fig.III. 12).

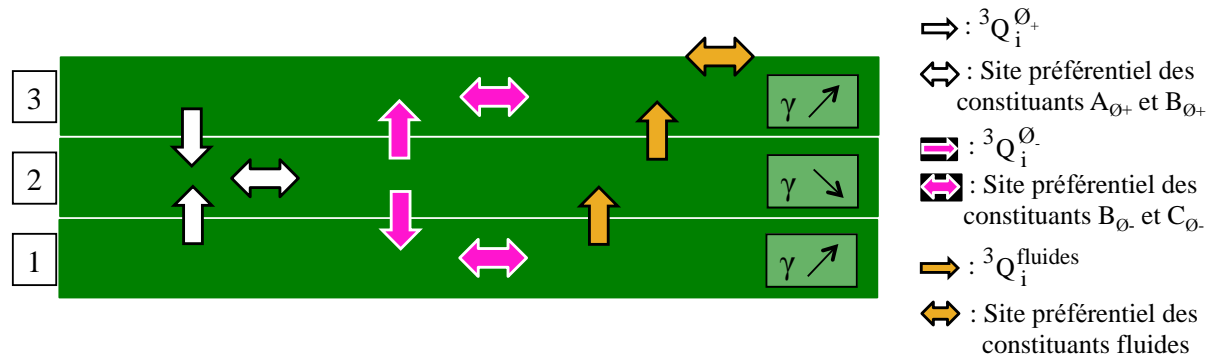


Figure III. 12 : Organisation en trois couches superposées, débits internes et sites préférentiels de présence des constituants, dans l'épaisseur du propergol, sous sollicitations tribologiques

Ces débits internes de constituants, prenant place entre 0 et 50 ms de sollicitations tribologiques, sont alors désignés comme responsables des initiations localisées et généralisées du propergol.

Un circuit tribologique d'initiation du propergol peut être établi à partir de ces débits internes de constituants (cf. Fig.III. 13). Ce circuit tribologique d'initiation généralisée du propergol a été mis en évidence avec des premiers corps de faible rugosité de surface (type saphir) et non poreux, de type métalliques (cf. Chapitre II.1.5).

Ainsi, comme décrit dans le Chapitre III.5, les sollicitations tribologiques activent des débits de constituants qui sélectionnent des interactions particulières entre constituants du propergol. Les étapes de mise en place de ces débits de constituants jusqu'à l'initiation généralisée du propergol sous les sollicitations tribologiques du dispositif Tribome, sont décrites sur la Figure III. 13.

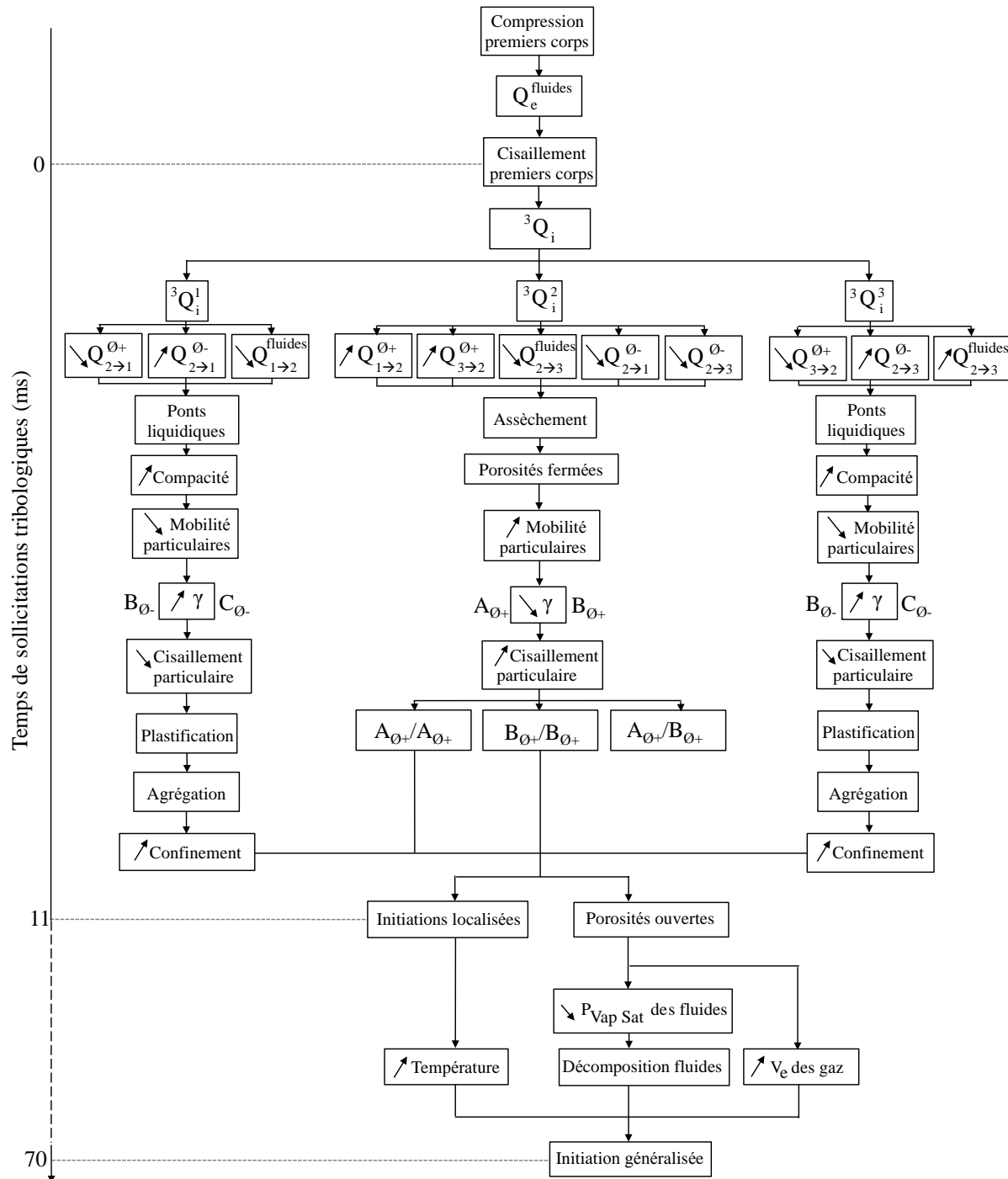


Figure III. 13 : circuit tribologique d'initiation généralisée du propergol pour 70 ms de sollicitations tribologiques sur le dispositif Tribome

Avant le début de l'essai de frottement, c'est l'étape de mise en charge du premier corps supérieur sur le troisième corps et le premier corps inférieur. Il y a alors éjection en périphérie de la surface de contact des constituants fluides  ${}^3Q_e^{fluides}$ , et les constituants solides restent majoritairement dans la surface de contact ( $Seg_{F/S}$ ).

Ensuite, dès la mise en mouvement du premier corps inférieur, les débits internes de constituants se mettent en place ( ${}^3Q_i$ ) avec un arrangement en trois couches superposées du volume de troisième corps ( ${}^3Q_i^1, {}^3Q_i^2, {}^3Q_i^3$ ).

Dans la couche inférieure ( ${}^3Q_i^1$ ), il y a un appauvrissement en constituants solides de grands diamètres et en constituants fluides ( ${}^3Q_{1\rightarrow2}^{\emptyset+}, {}^3Q_{1\rightarrow2}^{fluides}$ ) qui migrent vers la couche médiane. En revanche, il y a un enrichissement de cette couche inférieure en constituants solides de petits diamètres, qui proviennent de la couche médiane ( ${}^3Q_{2\rightarrow1}^{\emptyset-}$ ). De par la forte compacité qui existe entre les constituants solides ( $B_{\emptyset}$  et  $C_{\emptyset}$ ), composant majoritairement cette couche, il y règne une faible mobilité particulaire. Ceci participe à l'augmentation de la cohésion ( $\gamma$ ) de la couche ainsi qu'à la baisse du taux de chocs inter-particulaires.

Dans la couche médiane ( ${}^3Q_i^2$ ), il y a un appauvrissement en constituants solides de petits diamètres ( ${}^3Q_{1\rightarrow2}^{\emptyset+}$  et  ${}^3Q_{3\rightarrow2}^{\emptyset+}$ ), qui migrent vers les couches supérieure et inférieure. Simultanément, il y a un appauvrissement en constituants fluides qui migrent vers la couche supérieure ( ${}^3Q_{2\rightarrow3}^{fluides}$ ). Ceci provoque l'assèchement de la couche et conduit à la formation de porosités fermées (cf. Chapitre II.2.3-4 et Fig.II. 38-40). Il y a donc une augmentation de la mobilité particulaire, du taux de chocs inter-particulaires ainsi qu'une baisse de la cohésion particulaire ( $\gamma$ ). Les constituants majoritairement présents dans cette couche médiane sont donc les constituants solides de grands diamètres ( $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ ), issus de la  $Seg_{S/S}$  ( ${}^3Q_{1\rightarrow2}^{\emptyset+}$  et  ${}^3Q_{3\rightarrow2}^{\emptyset+}$ ).

Dans cette couche médiane, les interactions locales privilégiées sont :  $A_{\emptyset+}/A_{\emptyset+}$ ,  $B_{\emptyset+}/B_{\emptyset+}$  et  $A_{\emptyset+}/B_{\emptyset+}$ . Ce sont celles-ci qui provoquent des initiations localisées dans le propergol.

Dans la couche supérieure ( ${}^3Q_i^3$ ), il y a un appauvrissement en constituants solides de grands diamètres ( ${}^3Q_{3\rightarrow2}^{\emptyset+}$ ) qui migrent vers la couche médiane. En revanche, il y a un enrichissement en constituants solides de petits diamètres et en constituants fluides ( ${}^3Q_{2\rightarrow3}^{\emptyset-}, {}^3Q_{2\rightarrow3}^{fluides}$ ) qui proviennent de la couche médiane. Par création de ponts liquides [24] entre les



constituants solides de cette couche ( $B_{\emptyset}$  et  $C_{\emptyset}$ ), il y a augmentation de la compacité de la couche et baisse de la mobilité particulaire. Ceci favorise l'augmentation de la cohésion ( $\gamma$ ) de la couche et la baisse du taux de chocs inter-particulaires. Il est alors possible d'observer l'agrégation « plastifiante » des constituants de la couche supérieure (cf. Chapitre III.3 : Figure III. 6), ce qui favorise le confinement de la couche médiane, où ont lieu les interactions locales privilégiées ( $A_{\emptyset+}/A_{\emptyset+}$ ,  $B_{\emptyset+}/B_{\emptyset+}$  et  $A_{\emptyset+}/B_{\emptyset+}$ ), et les initiations localisées.

Ces initiations localisées, contenues dans les porosités fermées sont liées à la sublimation [116] de ces constituants solides [6,40]. Les gaz issus de ces sublimations se retrouvent alors « piégés » dans les porosités fermées, et peuvent ainsi favoriser l'augmentation des pression et température locales. Celles-ci sont liées aux premières initiations localisées observées expérimentalement pour des temps de sollicitations très faibles (à 11 ms, cf. Chapitre II.1.8 : Figure II. 26). Les porosités fermées sont donc des poches de gaz haute pression. Or dans ce cas, la réactivité des constituants fluides et solides du propergol est augmentée [9], amplifiant donc très fortement l'amorçabilité du propergol. En effet, si une porosité fermée est brusquement ouverte (cf. Chapitre II.2.4 : Figure II. 42), alors elle peut générer une forte dépression locale. Cette dernière peut faire diminuer la pression au sein de la porosité fermée jusqu'à atteindre la valeur de pression de vapeur saturante de certains constituants fluides [116, 117] qui viendraient à se décomposer.

L'élimination rapide des gaz haute pression (vitesse d'éjection, notée  $V_e$ ), accompagnée de la décomposition des constituants fluides, constitue alors l'initiation généralisée du propergol, observée expérimentalement entre 50 et 100 ms de sollicitations tribologiques (cf. Chapitre II.1.8, Figure II. 27).

Dans une démarche d'amélioration de la sécurité d'utilisation du malaxeur bivis, présentant des sollicitations tribologiques élémentaires du propergol similaires à celles décrites dans ce chapitre (cf. Chapitre I.4.2.4), nous pouvons nous demander si ce circuit tribologique est transposable à ce dispositif industriel.

**CHAPITRE IV :**  
**APPLICABILITE INDUSTRIELLE ET**  
**PERSPECTIVES SCIENTIFIQUES**  
**DU CIRCUIT TRIBOLOGIQUE D'INITIATION**  
**DU PROPERGOL**

**CHAPITRE IV – APPLICABILITE INDUSTRIELLE ET PERSPECTIVES SCIENTIFIQUES  
DU CIRCUIT TRIBOLOGIQUE D'INITIATION DU PROPERGOL ..... 131**

IV.1. EXTRAPOLATION DU CIRCUIT TRIBOLOGIQUE D'INITIATION DU PROPERGOL DES DISPOSITIFS MODELES A UN DISPOSITIF INDUSTRIEL .....	133
IV.2. AMELIORATION DE LA SECURITE D'UTILISATION DU PROCEDE DE MALAXAGE BIVIS .....	137
IV.3. PERSPECTIVES SCIENTIFIQUES DE L'ETUDE TRIBOLOGIQUE DE L'INITIATION D'UN PROPERGOL PAR CISAILLEMENT.....	140

## Chapitre IV : Applicabilité industrielle et perspectives scientifiques du circuit tribologique d'initiation du propergol

### IV.1. Extrapolation du circuit tribologique d'initiation du propergol des dispositifs modèles à un dispositif industriel

Le circuit tribologique du propergol à l'intérieur du malaxeur bivis se compose, comme pour ceux des dispositifs modèles, de débits internes de constituants. Dans le Chapitre I.5.1.2, des débits tridimensionnels d'écoulements de matière ont été établis pour un malaxeur bivis ( $^1Q_s$ ,  $^3Q_i$ ,  $^3Q_e$ ). Il est donc possible d'inclure les débits internes de constituants que nous venons de définir pour des dispositifs modèles, dans la définition des débits tridimensionnels d'écoulement de matière existant dans un malaxeur bivis. Pour rappel, le propergol se présente sous 3 états dans le malaxeur bivis (cf. Chapitre I.3.2.3., Fig.I. 16) :

- pulvérulent : dans la zone d'introduction (cf. Fig.I. 16), le propergol est très hétérogène et à un aspect de poudre blanche lors l'ajout des constituants solides,
- mi-pulvérulent / mi-pâteux : dans la première zone de malaxage (cf. Fig.I. 16), les constituants fluides et solides sont mélangés activement par les bilobes des deux vis corotatives (cf. Chapitre I.3.2., Fig.I. 15e.)
- pâteux : dans la zone de pompage (cf. Fig.I. 16), le propergol a un aspect global homogène, avec un bon niveau de mélange des constituants fluides et solides (cf. Chapitre I.2.2., Fig.I. 6).

Ainsi, il peut être écrit les débits de matière tridimensionnels suivants :

- $^1Q_s$  : le débit source de premiers corps, issu du détachement de particules de premiers corps, n'a pas été abordé sur les dispositifs modèles. En effet, l'approche expérimentale n'a pas permis d'établir avec certitude la présence de particules de premiers corps dans le contact, pouvant sensibiliser le propergol, pour une durée de sollicitation en cisaillement de 300 ms. Par conséquent, pour l'approche numérique, il a été décidé arbitrairement que les premiers corps ne génèreraient pas de particules dans le contact, pour des temps de simulation bien plus faibles ( $t_{\text{calcul}} = 4$  ms) que les temps de sollicitation rencontrés dans un malaxeur bivis ( $t_{\text{malaxeur}} = 6$  min). L'objectif de cette étude étant d'appréhender le comportement du propergol dans un contact cisailant entraînant son initiation généralisée, et que cette dernière a été observée avec un premier corps en saphir, pour lequel aucune dégradation de surface n'a été

observée au cours d'un essai, il a été conclu que cette initiation généralisée ne dépendait pas du débit source de premier corps. Par conséquent, dans le malaxeur bivis, l'amorçabilité du propergol ne serait pas non plus directement liée à l'arrachement de particules des sommets de filets des vis ou de l'alésage du fourreau. Ainsi, le débit source de premiers corps serait également à négliger dans le malaxeur bivis, pour une initiation généralisée rapide du propergol (jusqu'à 300 ms de sollicitations).

- ${}^3Q_i$  : c'est dans la définition du débit interne de troisième corps, que les débits internes de constituants du propergol sont ajoutés. Pour rappel, le propergol s'organise sous forme de trois couches superposées, sous l'influence de trois débits distincts de constituants :

$$\begin{aligned} \cdot \quad {}^3Q_i &= {}^3Q_i^1 + {}^3Q_i^2 + {}^3Q_i^3, \\ \cdot \quad {}^3Q_i &= [ {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{\emptyset+} + {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{\emptyset-} \quad {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{fluide} ] + [ {}^3Q_{1 \rightarrow 2}^{\emptyset+} + {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{\emptyset+} + {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{fluide} + {}^3Q_{2 \rightarrow 1}^{\emptyset-} + \\ &\quad {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{\emptyset-} ] + [ {}^3Q_{3 \rightarrow 2}^{\emptyset+} + {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{\emptyset-} + {}^3Q_{2 \rightarrow 3}^{fluide} ]. \end{aligned}$$

Ces débits internes spécifiques favorisent : des interactions entre constituants solides (cf. Chapitre III.2), la naissance de porosités fermées dans l'épaisseur, et la génération d'une initiation généralisée du propergol (cf. Chapitre III.7, Fig.III. 13). Ainsi, dans une démarche d'amélioration de la sécurité d'utilisation du procédé de malaxage bivis, il est nécessaire de mieux contrôler ces débits internes spécifiques de constituants.

- ${}^3Q_e$  : Le malaxeur bivis étant une enceinte hermétique, les zones de contact entre les premiers corps et le troisième corps sont successives sur la longueur du malaxeur bivis (cf. Chapitre I.3, Fig.I. 15). Or, pour un contact unique, il existe deux sens pour le débit d'éjection du troisième corps : un en amont de contact (dans le sens opposé au sens de déplacement du propergol), et un autre en aval de contact (dans le même sens que le sens de déplacement du propergol). Par conséquent, comme pour le cas des contacts (n-1), (n) et (n+1) de la Figure IV.1, il peut être considéré que le débit longitudinal d'éjection d'un contact (n),  ${}^3Q_{e\text{Longi}}^n$ , devient un débit longitudinal de recirculation,  ${}^3Q_{r\text{Longi}}^n$ , pour ce même contact (n) lorsqu'il est dirigé vers le contact (n-1). Ceci est dû au sens de déplacement du propergol, imposé par les pas

directs des vis du malaxeur bivis. En revanche, lorsque le débit longitudinal d'éjection de ce contact (n) est dirigé vers le contact (n+1), celui-ci devient un débit source externe de troisième corps pour le contact (n+1),  ${}^3Q_{sLongi}^{e(n+1)}$ , (cf. Fig. IV. 1).

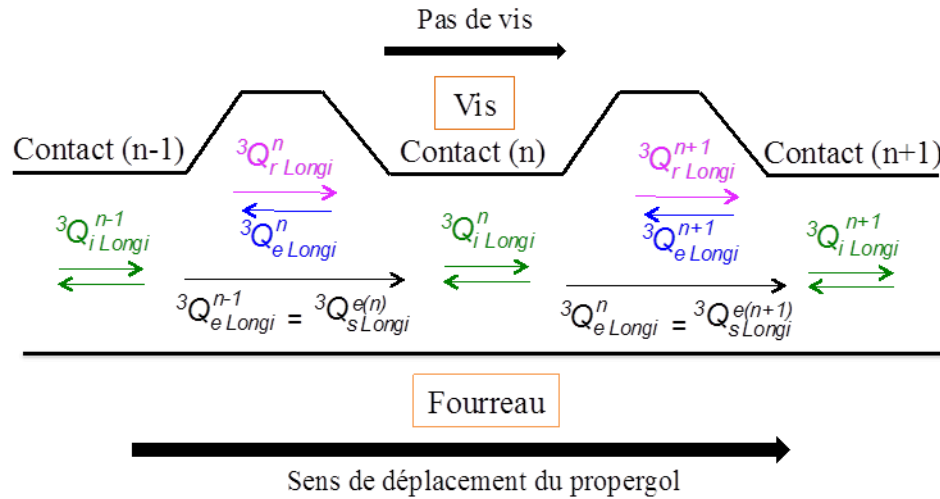


Figure IV. 1 : schéma du circuit tribologique longitudinal appliqué à un contact (n) d'un profil de vis à pas direct, dans un malaxeur bivis

La même logique de mise en place des débits est valable pour les débits latéraux du troisième corps (cf. Fig.IV. 2).

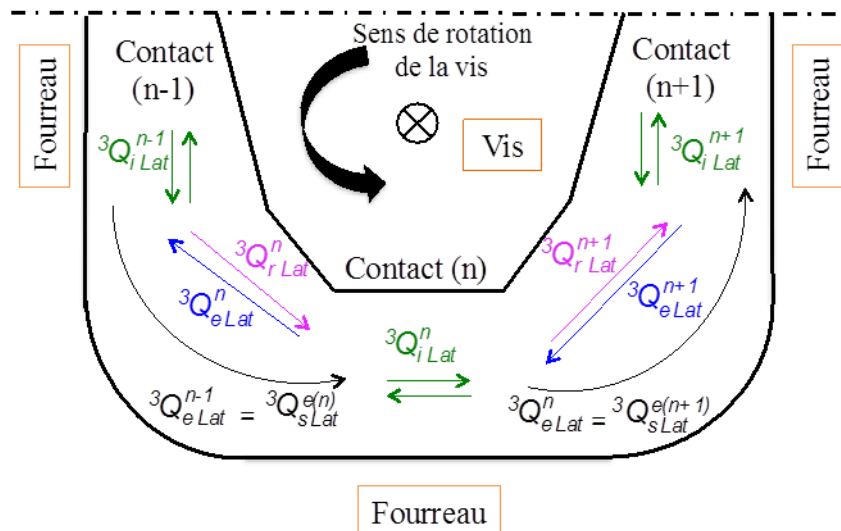


Figure IV. 2 : schéma du circuit tribologique latéral appliqué à un contact (n) dans un malaxeur bivis

Avec un sens de déplacement du propergol identique à celui de la rotation de la vis, le débit latéral d'éjection de troisième corps du contact (n-1),  ${}^3Q_{e\text{Lat}}^{n-1}$ , constitue le débit latéral de source externe de troisième corps du contact (n),  ${}^3Q_{s\text{Lat}}^{e(n)}$ . Le débit latéral d'éjection du contact (n),  ${}^3Q_{e\text{Lat}}^n$ , devient le débit latéral de recirculation,  ${}^3Q_{r\text{Lat}}^n$ , pour ce même contact (n), lorsqu'il est dirigé vers le contact (n-1), du fait du sens de rotation de la vis. Lorsque ce débit latéral d'éjection est dirigé vers le contact (n+1), il devient le débit latéral de source externe de troisième corps du contact (n+1),  ${}^3Q_{s\text{Lat}}^{e(n+1)}$  (cf. Fig.IV. 2).

En revanche, les débits longitudinaux sont modifiés pour un profil de vis à pas inverse, ce dernier s'opposant au sens de déplacement global du propergol dans le malaxeur bivis (cf. Chapitre I.3.2., Fig.I. 15e.). La différence réside dans ce que devient le débit longitudinal d'éjection de troisième corps pour le contact (n),  ${}^3Q_{e\text{Longi}}^n$ , (cf. Fig.IV.3). En effet, celui-ci devient un débit longitudinal de recirculation pour le contact (n),  ${}^3Q_{r\text{Longi}}^n$ , lorsqu'il est dirigé vers le contact (n+1). En revanche, ce débit longitudinal d'éjection devient un débit longitudinal de source externe de troisième corps pour le contact (n-1),  ${}^3Q_{s\text{Longi}}^{e(n-1)}$ ,

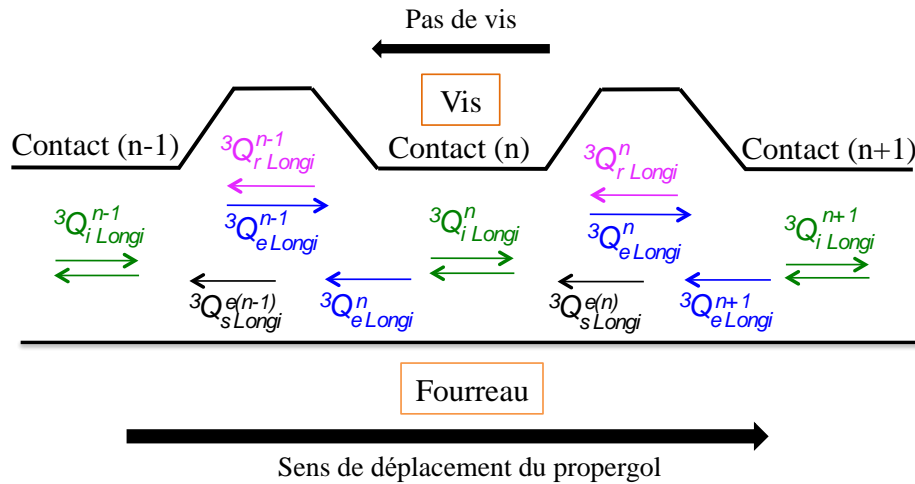


Figure IV. 3 : schéma du circuit tribologique longitudinal appliqué à un contact (n) d'un profil de vis à pas inverse, dans un malaxeur bivis

Il apparaît que pour chaque contact (n) du malaxeur bivis, il existe un débit longitudinal interne de troisième corps,  ${}^3Q_{i\text{Longi}}^n$ , dans lequel interviennent :

- la Seg<sub>F/S</sub> (cf. Chapitre II.1.9., Fig.II. 28) : les débits longitudinaux et latéraux d'éjection de troisième corps contiennent donc une forte proportion de constituants fluides, et les constituants solides restent préférentiellement dans le contact (n). Ceci sensibilise le propergol [12,21].
- la Seg<sub>S/S</sub> (cf. Chapitre II.2.3.2., Fig.II. 36) : le volume de propergol contenu dans le contact (n) s'organise en trois couches superposées. La couche médiane contient une forte proportion de constituants de grands diamètres  $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ , bénéficiant d'une plus grande mobilité que les constituants  $B_{\emptyset-}$  et  $C_{\emptyset-}$  des couches supérieure et inférieure. Ceci génère des porosités dans le volume de propergol et des chocs entre les particules  $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ . C'est bien le circuit tribologique d'initiation du propergol.

Maintenant qu'il a été démontré que le circuit tribologique d'initiation du propergol est applicable au malaxeur bivis, il est possible d'envisager des voies d'amélioration d'un tel dispositif de fabrication en agissant localement, sur la mise en place des débits internes.

#### IV.2. Amélioration de la sécurité d'utilisation du procédé de malaxage bivis

Des débits de constituants du propergol ont été mis en évidence pour des dispositifs modèles de sollicitation par cisaillement. Ces débits permettent des écoulements internes particuliers de constituants (migration par capillarité, déformations plastiques, ...) et l'organisation en trois couches superposées du propergol dans un contact. Pour ces dispositifs modèles, il a été établi que ces débits menaient à l'initiation généralisée du propergol (cf. Chapitre III.6 : Figure III. 12). Or, ces débits existant également à l'intérieur du dispositif industriel, il est essentiel d'empêcher ou ralentir leur mise en place, pour éviter toute initiation généralisée du propergol lors de sa fabrication.

Ainsi, l'assèchement de la couche médiane du propergol est consécutif à la mise en place de débits internes spécifiques (cf. Chapitre IV.1) :  ${}^3Q_i^{fluide}$ ,  ${}^3Q_i^{\emptyset+}$  et  ${}^3Q_i^{\emptyset-}$ .

Pour le circuit tribologique d'initiation généralisée du propergol (cf. Chapitre IV.1-2), l'influence de la diminution de la force d'adhésion inter-particulaire ( $\gamma$ ) a été mise en évidence. En effet, cette diminution de  $\gamma$  conduit à l'augmentation de la mobilité locale des constituants solides du milieu, ce qui favorise les chocs inter-particulaires et la création



d'initiations localisées. A contrario, une augmentation de  $\gamma$ , mène à une diminution de la mobilité locale des constituants solides du milieu, ce qui empêche les chocs inter-particulaires d'avoir lieu. Par conséquent, il est nécessaire d'agir sur ces interactions inter-particulaires locales dès la formulation théorique du propergol, par des études amont.

Ces dernières doivent permettre l'évaluation de l'adhésion entre les constituants solides  $A_{\emptyset+}$ ,  $B_{\emptyset+}$ ,  $B_{\emptyset-}$ ,  $C_{\emptyset-}$  (cf. Chapitre III.5-6 : Figure III. 13), mais pas seulement. En effet, une meilleure sécurité de fabrication du propergol en malaxeur baxis nécessite la prise en compte de l'adhésion locale d'une part, mais aussi de la détermination des propriétés physicochimiques des constituants, afin de diminuer les risques de formation de porosités fermées dans l'épaisseur du propergol sollicité en cisaillement et la considération des interactions privilégiées entre constituants solides. Ces études amont ont donc lieu dès la formulation du propergol [6, 47] ; cette dernière répondant aux différentes exigences du cahier des charges : quantité de propergol produite, propriétés énergétiques ( $I_{sp}$ ), durée de vie...

L'ensemble des voies de sécurisations locales, décrites ci-dessus pour la fabrication du propergol dans un malaxeur, est représenté sur la Figure IV. 4 :

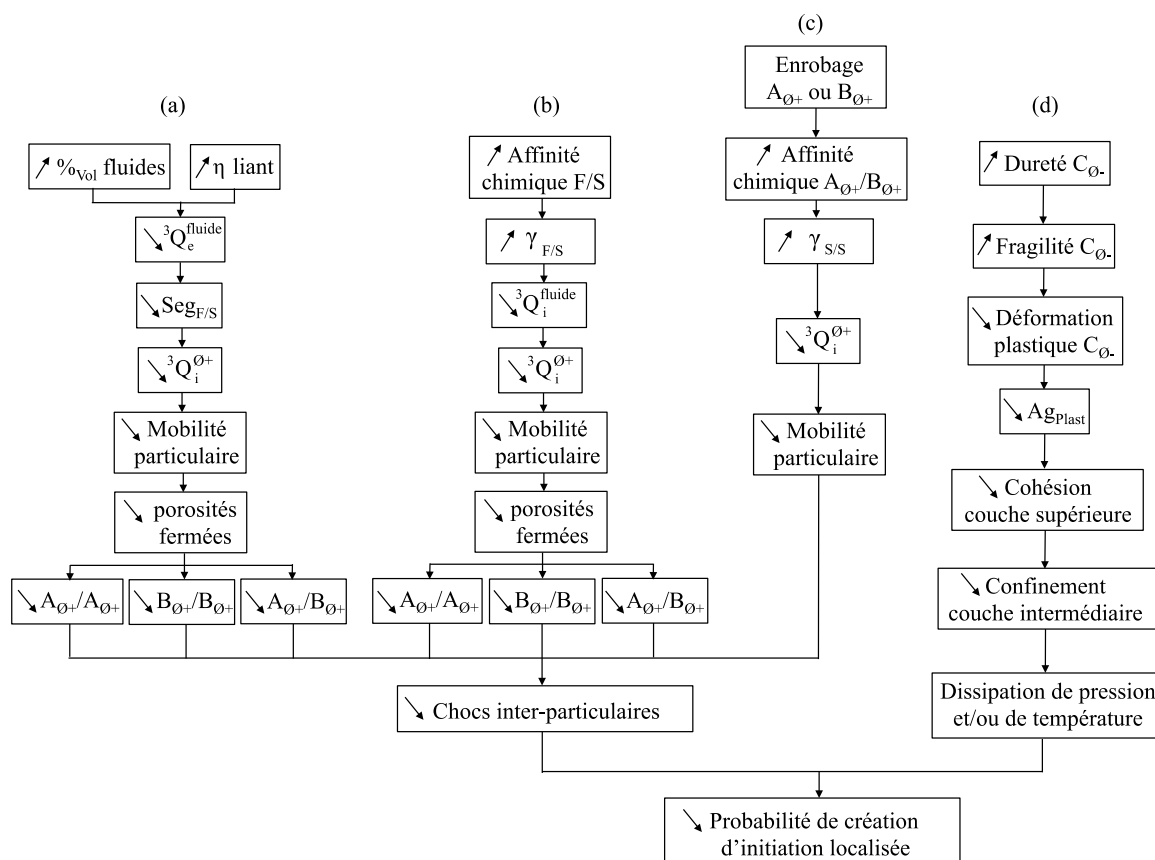


Figure IV. 4 : quatre solutions permettant d'améliorer la sécurité de fabrication du propergol dans un malaxeur baxis

Différentes solutions sont donc envisageables pour diminuer ces risques :

- pour diminuer la migration des constituants fluides en dehors du contact considéré,  ${}^3Q_e^{fluide}$ , la proportion volumique en constituants fluides peut être augmentée, ainsi que la viscosité du liant polymérique, en abaissant la température de malaxage. Les constituants fluides auront alors tendance à occuper préférentiellement l'espace vacant entre les constituants solides lorsque le propergol sera sollicité en cisaillement. Ceci empêchera alors la formation des porosités fermées dans l'épaisseur et diminuera la probabilité de contacts directs entre les constituants  $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$  par baisse de la mobilité particulière ( ${}^3Q_i^{\emptyset+}$ ) dans la couche médiane (cf. Fig.IV. 4a).
- pour ralentir la migration des constituants fluides,  ${}^3Q_i^{fluide}$ , par capillarité dans l'épaisseur du propergol, il est possible d'augmenter la compatibilité physicochimique entre le liant polymérique et certains constituants solides, les constituants  $A_{\emptyset+}$  et/ou  $B_{\emptyset+}$ . La couche médiane étant la couche la plus critique du point de vue de son assèchement car elle permet les interactions entre les constituants solides suivants :  $A_{\emptyset+}/A_{\emptyset+}$ ,  $B_{\emptyset+}/B_{\emptyset+}$ , et  $A_{\emptyset+}/B_{\emptyset+}$ , générant des initiations localisées dans le propergol. Par cette augmentation de compatibilité physicochimique, le liant polymérique aura tendance à rester plus longtemps en surface des constituants  $A_{\emptyset+}$  et/ou  $B_{\emptyset+}$ , les empêchant d'entrer directement en contact, et diminuant la taille des porosités fermées pouvant éventuellement se former (cf. Fig.IV. 4b). Ceci diminue donc la mobilité des constituants  $A_{\emptyset+}$  et  $B_{\emptyset+}$ , et donc  ${}^3Q_i^{\emptyset+}$ .
- pour augmenter l'adhésion entre deux constituants solides d'une interaction particulière sélectionnée ( $A_{\emptyset+}/A_{\emptyset+}$ ,  $B_{\emptyset+}/B_{\emptyset+}$  ou  $A_{\emptyset+}/B_{\emptyset+}$ ), il est possible d'enrober un de ces constituants d'une fine couche d'additif augmentant l'affinité chimique entre les deux espèces considérées de cette interaction particulière. Ceci aura pour conséquence d'augmenter le temps de contact entre les deux particules de l'interaction, et de ce fait, diminuer leur mobilité (baisse de  ${}^3Q_i^{\emptyset+}$ ). Comme il a été montré précédemment (cf. Chapitre III.6), cette baisse de mobilité particulière fera diminuer le taux de chocs entre les constituants solides dans la couche médiane du propergol, ce qui diminuera le risque d'initiation localisée de celui-ci (cf. Fig.IV. 4c) [108].

- pour diminuer le confinement de la couche médiane par déformation plastique des constituants  $C_0$ , il est possible d'augmenter la dureté de surface de ceux-ci. Cela aura pour effet de diminuer l'élasticité des particules  $C_0$ , les rendant donc plus fragiles. Leur fracture dans le contact sera alors favorisée, limitant ainsi leur déformation plastique (cf. Chapitre III.3). Ceci abaisserait la cohésion inter-particulaire résultant de l'agrégation « plastifiante » observée à l'extrême surface de la couche supérieure (cf. Chapitre III.3). Par conséquent, une diminution du confinement serait possible pour la couche sous-jacente, la couche médiane (cf. Fig.IV. 4d), ce qui favoriserait la dissipation de température et/ou de pression d'une initiation localisée.

Ces 4 voies de sécurisation énoncées tendent à diminuer les risques d'initiation du propergol lorsqu'il est malaxé dans le dispositif industriel. Cependant, ces solutions sont valables d'un point de vue strictement tribologique et peuvent être remise en question d'un point de vue industrielle car elles ne prennent pas en compte les exigences de performances du propergol [12]. Ceci est d'autant plus vrai pour les solutions (b) et (c) de la Figure IV. 4 : un changement de la physicochimie entre certains constituants va nécessairement changer la cinétique de réaction du propergol, et changer ses propriétés énergétiques (vitesse de combustion, volume de gaz dégagé) [12]. Il en va de même pour la solution (d) de la Figure IV. 4 : diminuer la ductilité de constituants solides d'aussi petits diamètres, par changement de la microstructure [...], va peut être modifier les propriétés de combustion du propergol. Il est donc nécessaire d'approfondir ces voies de sécurisation.

### **IV. 3. Perspectives scientifiques de l'étude tribologique de l'initiation d'un propergol par cisaillement**

Tout d'abord, d'un point de vue expérimental, l'analyse de l'amorçabilité du propergol lorsqu'il est cisailé dans un milieu confiné doit être approfondie. Au cours des essais sur le dispositif TriboME, le propergol a toujours été placé dans l'atmosphère ambiante. Or dans le malaxeur bivis, le propergol est dans une atmosphère confinée. Cette dernière peut augmenter la vitesse combustion du propergol [1].

Par ailleurs, l'instrumentation d'un malaxeur bivis étant très complexe, il serait tout de même utile de pouvoir prélever des échantillons de propergol dans chaque zone du dispositif, au

cours de la fabrication, afin de vérifier l'évolution des proportions de constituants dans chacune de ces zones et ainsi valider l'organisation en trois couches superposées du volume de propergol. Ceci n'a pas été réalisé au cours de cette étude, car pour recueillir de tels échantillons, il aurait fallu revoir toute la procédure de retrait du fourreau ce qui n'était pas réalisable dans le temps imparti. En effet, le système actuel de retrait de fourreau est un tire-fort faisant entrer en contact les sommets de filets des vis et l'alésage du fourreau, ce qui modifie les sollicitations tribologiques perçues par le propergol.

Ensuite, d'un point de vue numérique, une autre perspective de recherche concerne la température de fabrication du propergol, ayant une influence sur la viscosité du liant polymérique (cf. Fig. IV. 4a). Il a été évoqué dans le §IV.2. que l'augmentation de cette viscosité polymérique pourrait empêcher les contacts directs entre constituants solides. Des travaux de simulation numérique par éléments discrets sont en cours sur cette thématique de couplage thermomécanique des phénomènes intervenant dans un troisième corps hétérogène [118]. Ceci permettrait de connaître une gamme de température pour laquelle la viscosité du liant polymérique limite les contacts entre les constituants de grands diamètres.

Enfin, toujours d'un point de vue numérique, il serait intéressant d'introduire des particules non-rigides dans la modélisation par éléments discrets, afin d'analyser les conséquences sur les débits de constituants solides avec leur échauffement local. Des travaux similaires ont également été entrepris avec le logiciel LMGC90 [119], sur les conséquences thermiques de la fragmentation dans un milieu granulaire.



## REFERENCES

- [1] AFNOR. Matériaux énergétiques de défense. Sécurité et vulnérabilité : sensibilité au frottement. Epreuve au dispositif Julius Peters. SNPE. NF T 70 503. Paris : AFNOR. 1995, 15p.
- [2] MOREAU J.J. Some numerical methods in multibody dynamics : application to granular materials. *European Journal of Mechanics – A/Solids*, 1994, vol. 13, pp. 93 – 114.
- [3] RENOUF M., MASSI F., SAULOT A., et al. Numerical tribology of dry contact. *London: Tribology International*, 2011, vol. 44, Issue 7-8, pp. 834 – 844.
- [4] VOIVRET C., RADJAI F., DELENNE J.-Y., et al. Multiscale force networks in highly polydisperse granular media. *Physical Review Letters*, 2009, vol. 102, 5 p.
- [5] CHOUNET G., NGUYEN C., GUENGANT Y., et al. Characterisation and 3D Fluid Flow Modelling of Propellant Slurry in Mixing Equipments. *International Annual Conference - Franhofer Institut fur Chemische Technologie, Karlsruhe*, 2009, vol. 40, 5 p.
- [6] SCHOOLDERMAN C., ZEVENBERGEN J., VAN DRIEL C. Continuous extrusion processing for existing and future energetic materials. *Parari 2007 : 8th Australian Explosives Ordnance Symposium, Melbourne, Australia*, 13 - 15 november 2007, 11 p.
- [7] SME 500392. Recensement des incidents pyrotechniques de fabrication. Rapport interne Herakles classé Confidentiel Industrie. Le Bouchet : Herakles – Groupe Safran, 2009, 143 p.
- [8] 183/2011/DAI/M/SE/ME. Rapport interne Herakles classé Confidentiel Industrie. Saint-Médard-en-Jalles : Herakles – Groupe Safran, 2011, 21 p.
- [9] 073/2012/DAI/M/SE/MR. Rapport interne Herakles classé Confidentiel Industrie. Saint-Médard-en-Jalles : Herakles – Groupe Safran, 2012, 32 p.
- [10] DICKSON P., PARKER G., NOVAK A. Frictionally induced ignition pressed in drop and skid tests. *Los Alamos : Los Alamos National Laboratory*, 2010, 9 p.
- [11] DICKSON P., PARKER G., SMILOWITZ L., et al. Frictional heating and ignitions of energetic materials. *14th Biennial International Conference of the American Physical Society Topical Group on Shock Compression of Condensed Matter (SCCM). Baltimore, Maryland, USA*, 2005, 8 p.
- [12] DAVENAS A. Technologie des propergols solides. Paris : Masson, 1989, 640 p.
- [13] THADHANI N.N. Multifunctional energetic materials. *Warnendale : Materials Research Society Symposium Proceedings*, 2004, vol. 896, 242 p.
- [14] DAVENAS A. Advanced solid propellants for future space launch systems. *6th International Symposium on Space propulsion : Propulsion for space transportation of the XXI Century [3AF], Versailles, France*, 2002.

- [15] LIEBENBERG D.H., ARMSTRONG R.W., GILMAN J.J. Structure and properties of energetic materials. Pittsburgh : Materials Research Society, 1993, 390 p.
- [16] BRILL T.B., RUSSELL T.P, TAO W.C., et al. Decomposition, combustion and detonation chemistry of energetic materials. Pittsburgh : Materials Research Society, 1996, vol. 418, 452 p.
- [17] MAIENSCHEIN J.L., NICHOLS III A.L., REAUGH J.E., et al. Hazards response of energetic materials – Developing a predictive capability for initiation and reaction under multiple stimuli. 36th International Annual Conference ICT, 28 june – 1 july 2005, Karlsruhe, Germany. Lawrence Livermore National Laboratory : Livermore, USA, 2005, 14 p.
- [18] RENAULT. Airbags [en ligne]. 2008. Disponible sur : <  
[www.renault.com/fr/lists/archivesdocuments/airbags.pdf](http://www.renault.com/fr/lists/archivesdocuments/airbags.pdf) > (consulté le : 14.06.2012)
- [19] RENAULT BELGIQUE LUXEMBOURG. Centre Formation Après-Vente. Sécurité passive : Airbags, prétensionneurs et SRP. 2011. Disponible sur :  
<[www.febiac.be/documents\\_febiac/Training\\_Renault\\_Airbag\\_FR.pdf](http://www.febiac.be/documents_febiac/Training_Renault_Airbag_FR.pdf)> (consulté le : 20.11.2013)
- [20] BELAN G., MERCILLON P. La saga des missiles européens (1945-2005). Paris : TTU-Certes, 2005, 176 p.
- [21] QUINCHON J. Les poudres, propergols et explosifs. Tome 4. Paris : Techniques et Documentation Lavoisier, 1991, pp. 113 – 121.
- [22] SELKE S.E.M., CUTLER J.D., HERNANDEZ R.J. Plastics Packaging : Properties, processing, applications, and regulations. Munich : Hanser, 2004, 29 p. ISBN 1569903727
- [23] FLORY P.J. Principles of Polymer Chemistry. Ithaca : Cornell University Press, 1953, 39 p.
- [24] 280/2009/DRT/T/PR. Rapport interne Herakles classé Confidentiel Industrie. Saint-Médard-en-Jalles, Herakles – Groupe Safran, 2009, 6 p.
- [25] MILLER G.R., GAROWAY A.N. A review of the crystal structures of common explosives - Part 1 : RDX, HMX, TNT, PETN, and Tetryl. Washington : Naval Research Laboratory, 2001, 33 p.
- [26] PRAVICA M. GALLEY M., KIM E., et al. A far- and mid-infrared study of HMX (octahydro-1,3,5,7-tetranitro-1,3,5,7-tetrazocine) under high pressure. Chemical Physics Letters, 2010, vol. 500, pp. 28 – 34.
- [27] YOO C.S., CYNN H. Equation of state, phase transition, decomposition of beta-HMX at high pressures. Journal of Chemical physics, 1999, vol. 111, issue 22, pp. 10229 – 10235.



- [28] BRAND H.V., RABIE R.L., FUNK D.J., et al. Theoretical and Experimental Study of the Vibrational Spectra of the  $\alpha$ ,  $\beta$ , and  $\delta$  phases of Octahydro-1,3,5,7-tetranitro-1,3,5,7-tetrazocine (HMX). *Journal of Physical Chemistry B*, 2002, vol. 106, pp. 10594 – 10604.
- [29] JULLIEN A., MEURISSE M.H., BERTHIER Y. Fractionized thin film lubrication: a new regime of lubrication in a carbon-based material-oil-glass contact. *Lubrication Engineering*, 1993, vol. 49, issue 6, pp. 479 – 486.
- [30] SCOTT HAMILTON R.A. Fully recyclable Oxetane TPE Rocket propellant. 30th International Annual Conference of ICT, 29 june – 2 july 1999. Karlsruhe, Germany.
- [31] VERGNES B., CHAPET M. Extrusion - Procédés d'extrusion bivis. Paris : Techniques de l'ingénieur. 2011, 23 p.
- [32] 245/2008/DRT/T/M/LEP/ Version 2. Rapport Interne Herakles classé Confidentiel Industrie. Saint-Médard-en-Jalles, 2008, 4 p.
- [33] DELAINE P. Approche tribologique du comportement dynamique d'une extrudeuse bi-vis corotative. Thèse Mécanique des contacts. Lyon : INSA de Lyon, 1992, 161 p.
- [34] 185/2012/TMMP - Impact de l'augmentation des jeux fonctionnels en BC72. Rapport interne Herakles classé Confidentiel Industrie. UNITE PROCEDES. Saint-Médard-en-Jalles : Herakles - Groupe Safran, 2012, 10 p.
- [35] BOOY M.L. Isothermal flow of viscous liquids in corotating twin scrow devices. *Polymer engineering and science*, 1980, vol. 20, No.18, 8 p.
- [36] 60/2007/DRT/T/PR. Rapport interne Herakles classé Confidentiel Industrie. Le Bouchet : Herakles - Groupe Safran, 2007, 18 p.
- [37] DIENES J.K., ZUO Q.H, KERSHNER J.D, Impact initiation of explosives and propellants via statistical crack mechanics. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2006, vol. 54, pp. 1237 – 1275.
- [38] SHARMA J., COFFEY C. S., RAMASWAMY A. L., et al. Atomic force microscopy of hot spots in RDX and AP crystals. *Challenges in propellants and combustion. 100 years after Nobel*. New York : K.K.Kuo, BegelHouse, 1997, pp. 268 – 277.
- [39] SHARMA J., COFFEY C.S. Nature of ignition sites and hot spots, studied by using an atomic force microscope. In *Processings of APS-Shock compression of condensed matter*, Seattle, Washington, USA, 1995, pp. 811 – 814.
- [40] CZERSKI H. Phase change in HMX during impact experiments. 35th International Annual Conference – Fraunhofer Institute fur Chemische Technologie. Institut Chemische Technologie - Energetic materials : structure and properties, 2004.

- [41] BOWDEN F.D., YOFFE A.D. Initiation and growth of explosions in liquids and solids. Cambridge : Cambridge University Press, 1952, 104 p.
- [42] ZEMAN S. Sensitivities of high energy compounds. In : KLAPOTKE T.M. High energy density materials. Berlin : Springer – Verlag, 2007, vol. 125, pp. 195 – 271.
- [43] WALKER E.H. Derivation of the  $P^2T$  detonation criterion. 8th Symposium International on Detonation. Albuquerque, USA, 1984, 23 p.
- [44] BELMAS R. Amorçage d'une composition explosive par sollicitations mécaniques rapides. 3ème congrès de pyrotechnie spatiale, Juan-les-Pins, France, 1987.
- [45] MADER C.L., KERSHNER J.D., The Three-dimensional Hydrodynamic Hot-spot Model Applied to PETN, HMX, TATB and NQ. Los Alamos : Los Alamos National Laboratory, 1984, 38 p.
- [46] PARTOM Y. A void collapse model for shock initiation. Proceedings 7th Symposium International on Detonation. Naval Surface Weapons Center, NSWC MD, USA, 1981, pp. 506 – 516.
- [47] SCHOOLDERMAN C., HORDIJK A.C. Processing of highly filled energetic compositions – simulation of a double co-rotating screw extruder and a complex die design. 33rd International Annual Conference of ICT, 2002, Karlsruhe, Germany, 14 p.
- [48] BELMAS R., PLOTARD J.P. Physical origins of hot spots in pressed explosive compositions. In : Approches microscopique et macroscopique des détonations – 2<sup>ème</sup> atelier international, 1995. Journal de Physique IV, Colloque C4, Supplément au Journal de Physique III, 1995, vol.5, pp. C4.61 – C4.87.
- [49] KHASAINOV B.A., BORISOV A.A., ERMOLAEV B.S. Shock wave predetonation processes in porous high explosives. 8th Symposium International on detonation, Albuquerque, USA, 1985, 12p.
- [50] MAIDEN D.E. A hot spot model for calculating the threshold for shock initiation of pyrotechnics and explosives. 3ème congrès de pyrotechnie spatiale, Juan-les-Pins, France, 1987, 10 p.
- [51] FREY R.B. Cavity collapse in energetic materials. 8th Symposium International on detonation, Albuquerque, USA, 1985.
- [52] MELLOR A.M., WIEGAND D.A., ISOM K.B. Hot spot histories in energetic materials. Combustion and flame. Elsevier, 1995, vol. 101, pp. 26 – 35.

- [53] CHIDESTER S. K., GREEN L.G., LEE C.G. A frictional work predictive method for the initiation of solid high explosives from low-pressure impacts. 10th International Detonation Symposium, Boston, 1993, 12 p.
- [54] ASAY B.W., HENSON B., DICKSON P.M., FUNK D.J., FUGARD C., IDAR D.J. Dynamic measurement of the influence of projectile radius and velocity on strain localization during impact of an energetic material. 11th International Detonation Symposium, Snowmass, Colorado, 1998, 11 p.
- [55] IDAR D., STRAIGHT J., OSBORN M., COULTER W., SKIDMORE C., PHILLIPS D., DECROIX M., BUNTAIN G., HOWESS P. Los Alamos Scientific report LA-UR-00-5334, Los Alamos National Laboratory, 2000, 10 p.
- [56] GRUAU C., PICART D., BELMAS R. Ignition prediction of a confined high explosive under low velocity impact. International Journal of Impact Engineering, 2009, vol. 36, pp. 537 – 550.
- [57] RAMASWAMY A.L., SHIN H., ARMSTRONG R.W., et al. Nanosecond and picosecond laser-induced cracking and ignition of single crystals of Ammonium Perchlorate. Journal of Materials Science. London : Chapman & Hall, 1996, vol.31, No. 22, pp. 6035 – 6042.
- [58] BOWDEN F.D., YOFFE A.D. Fast reactions in solids. London : Butterworths, 1958, 163 p.
- [59] FIELDS J.E. Hot spot ignition mechanisms for explosives. Accounts of Chemical Research, University of Utah : American Chemical Society, 1992, vol.25, No.11, pp. 489 – 496.
- [60] RAMASWAMY A.L. Microscopic initiation mechanisms in energetic materials crystals. Journal of Energetic Materials. London : Taylor and Francis, 2001, vol.19, Issue 2, pp. 195 – 217.
- [61] CZERSKI H., GRENNAWAY M.W., PROUD W.G. et al. Beta-Delta phase transition during dropweight impact on cyclotetramethylene-tetranitroamine. Journal of Applied Physics, 2004, vol. 96, pp. 4131 – 4134.
- [62] KARPOWICZ R.J., BRILL T.B. The beta-delta transformation of HMX: Its thermal analysis and relationship to propellants. American Institute of Aeronautics and Astronautics (AIAA), 1981, vol. 20, Issue 1, pp. 1586 – 1590.

- [63] HERRMANN M., ENGEL W., EISENREICH N. Thermal expansion, transitions, sensitivities and burning rates of HMX. In : Propellants, Explosives, Pyrotechnics. New York: John Wiley & Sons, 1992, vol. 17, Issue 4, pp. 190 – 195.
- [64] ZHANG J., ZHANG T., YANG L., et al. Synthesis, thermal decomposition, and properties of  $[\text{Mn}(\text{CHZ})_3][\text{C}(\text{NO}_2)_3]_2$ . Propellants, Explosives, Pyrotechnics. New York : John Wiley & Sons, 2009, vol. 34, pp. 24 – 31.
- [65] BADGUJAR D.M., TALAWAR M.B., HARLAPUR S.F., et al. Synthesis, characterization and evaluation of 1,2-bis(2,4,6-trinitrophenyl) hydrazine: a key precursor for the synthesis of high performance energetic materials. Journal of Hazardous Materials, 2009, vol. 172, pp. 276 – 279.
- [66] KLAPOTKE T.M., STIERSTORFER J., WEBER B. New energetic materials : synthesis and characterization of copper 5-nitriminotetrazolates. Inorganica Chimica Acta. Elsevier, 2009, vol. 362, pp. 2311 – 2320.
- [67] OSTMARK H., BEMM U., BERGMAN H., et al. N-guanylurea-dinitramide: a new energetic material with low sensitivity for propellants and explosives applications. Thermochemica Acta. Elsevier, 2002, vol. 384, pp. 253 – 259.
- [68] FIELDS J.E., SWALLOWE G.W., HEAVENEST S.N. Ignition mechanism of explosives during mechanical deformation. London : Proceedings Royal Society of London, 1982, vol. 382, No. 1782, pp. 231 – 244.
- [69] YANG W.L., HSIAU S.S. The effect of liquid viscosity on sheared granular flows. Chemical Engineering Science, 2006, vol. 61, pp. 6085 – 6095.
- [70] HSIAU S.S., LIAO C.C. Influence of interstitial fluid viscosity on transport phenomenon in sheared granular materials. Chemical Engineering Science, 2009, vol. 64, pp. 2562 – 2569.
- [71] HSIAU S.S., YANG W.L. Stresses and transport phenomena in sheared granular flows. Physical Fluids, 2002, vol. 14, pp. 612 – 621.
- [72] COULOMB C.A. Théorie des machines simples. Mémoire de Mathématique et de Physique de l'Académie Royale. Paris : Académie Royale des Sciences, 1785, pp. 161 – 342.
- [73] GODET M. The third body approach : a mechanical view of wear. London : Elsevier, vol. 100, 1984, pp. 437 – 452.
- [74] BERTHIER Y. Maurice Godet's Third Body. 22nd Leeds-Lyon Symposium on Tribology. London : Elsevier, Tribology series, vol. 31, 1995, pp. 21 – 30.

- [75] BERTHIER Y. Third-body reality-consequences and use of the third-body concept to solve friction and wear problems. In : STACHOWIACK G.W. *Wear, Materials, Mechanism and Practice*. New York : John Wiley & Sons, 2005, pp. 291 – 316.
- [76] JACQUEMARD P. Tribologie des joints a faces radiales : cas du fonctionnement en lubrification mixte et de premiers corps en carbone et carbure de silicium. Thèse Mécanique des contacts. Lyon : INSA de Lyon, 1996.
- [77] SAULOT A. Analyse tribologique du contact roue-rail : modélisation et expérimentations. Thèse Mécanique des contacts. Lyon : INSA de Lyon, 2005.
- [78] TURCOTTE R., CHAN S.K. Probit analysis of friction sensitivity of explosives. 35th International Pyrotechnics Seminar. Colorado : IPSUSA Seminars, 2008, pp. 499 – 514.
- [79] AFNOR. Matériaux énergétiques de défense. Sécurité et vulnérabilité : sensibilité au choc. Epreuve au mouton BAM. SNPE. NF T 70 500. Paris : AFNOR. 1995, 15 p.
- [80] ALTIMET. Altisurf © 500 [en ligne]. Disponible sur : <http://www.altimet.fr/fr/a500.htm> (consulté le 31.03.2012).
- [81] FLIR SYSTEMS. FLIR SC7000 Series [en ligne]. Disponible sur : <http://www.flir.com/cs/emea/fr/view/?id=43463> (consulté le 22.09.2012).
- [82] VISION RESEARCH. PHANTOM V710 [en ligne]. Disponible sur : <http://www.visionresearch.com/Products/High-Speed-Cameras/v710/> (consulté le 22.09.2012).
- [83] KNOOP F., PETERS C.G., EMERSON W.B. Sensitive pyramidal diamond tool for indentation measurements. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 1939, vol. 23, pp. 39 – 61.
- [84] WINCHELL H. The Knoop microhardness tester as a mineralogical tool. *American Mineralogist*, 1945, vol. 30, pp. 583 – 595.
- [85] HERTZ H. Über die Berührung fester elastischer Körper. *Journal für reine und angewandte Mathematik*, 1882, vol. 92, pp. 156 – 171.
- [83] NEGREANU I. Détermination de la température à partir de la radiation infrarouge au cours des essais dynamiques. Thèse Mécanique. Palaiseau : Ecole Polytechnique, 2009.
- [84] YANTIO NJANKEU SABEYA G.R. Comportement tribologique d'un alliage de titane traité et/ou revêtu en fretting à débattement libre. Thèse Mécanique. Toulouse : Institut National Polytechnique de Toulouse, 2007.

- [85] BOWDEN F.P., GURTON O.A. Initiation of explosives by grit particles. London : Nature, 1948, vol. 161, 348 p.
- [86] DYER A.S., TAYLOR J.W. Initiation of detonation by friction on a high explosive charge. In : Proceedings 5th International Symposium on Detonation, Pasadena, Arlington, VA : Office of Naval Research, 1970, pp. 291-300.
- [87] SEWELL T.D., MENIKOFF R., BEDROF D., et al. A molecular dynamics simulation study of elastic properties of HMX. Journal of Chemical Physics, 2003, vol. 119, pp. 7417 – 7422.
- [88] BERANGER G., MAZILLE H. Approche scientifique des surfaces – Caractérisation et propriétés. Techniques de l'ingénieur, 1983, pp. M1425-1 – M1425-21.
- [89] ZUO Q.H., ADDESSIO F.L., DIENES J.K., et al. A rate-dependant damage model for brittle materials based on the dominant crack. International Journal of Solids and Structures, 2006, vol.43, pp. 3350 – 3380.
- [90] BILYK S.R., SCHEIDLER M.J. Mechanical response and shear initiation of double-base propellants. Proceedings of the 13th International Detonation Symposium. Norfolk, VA, USA, 23 – 28 july 2006, 16 p.
- [91] JEAN M. The non-smooth contact dynamics method. Computer Methods Applied Mechanics and Engineering, 1999, vol. 177, pp. 235 – 257.
- [92] RENOUF M., CAO H.P., NHU V.H. Multiphysical modeling of third-body rheology. London : Tribology International, 2011, vol. 44, pp. 417 – 425.
- [93] BRISSET F., REPOUX M., RUSTE J., et al. Microscopie électronique à balayage et microanalyses. Paris : EDP Sciences, 2008, 20 p, ISBN 9782759800827
- [94] QUORUM TECHNOLOGIES. Sputter Coater SC 7640 [en ligne]. Disponible sur : <[http://www.quorumtech.com/pdf/productOperatingManuals/SC7640\\_Operating\\_Manual.pdf](http://www.quorumtech.com/pdf/productOperatingManuals/SC7640_Operating_Manual.pdf)> (consulté le 11.03.2014).
- [95] WIEGAND D.A. Workshop on propellant ignition micromechanics proceedings. Maryland : Army Research Office, 1991, pp. 149 – 159.
- [96] KANELBAUM J., SHTARK A., SHEFLER J. Crack behavior in solid propellant grain during the ignition stage. 40th International Annual Conference of ICT, Franhofer Institute, 26 – 29 june 2007. vol. 38, 11 p.
- [97] DIZDAR S., ANDERSSON S. Influence of plastic deformation on seizure initiation in a lubricated sliding contact. Wear, 1999, vol. 232, pp. 151 – 156.

- [98] ARMANINI A., FRACCAROLLO L., LARCHER M. Liquid-granular channel flow dynamics. *Powder Technology*, 2008, vol.182, pp. 218 – 227.
- [99] KOHONEN M.M., GEROMICHALOS D., SCHEEL M., et al. On capillary bridges in wet granular materials. *Physica A*, 2004, vol. 339, pp. 7 – 15.
- [100] SAMADANI A., KUDROLLI A. Segregation transitions in wet granular matter. *Physical Review Letters*, 2000, vol. 85, pp. 5102 – 5105.
- [101] YANG W.L., HSIAU S.S. Wet granular materials in sheared flows. *Chemical Engineering Science*, 2005, vol. 60, pp.4265 – 4274.
- [102] BASTERFIELD R., LAWRENCE C.J., ADAMS M.J. On the interpretation of orifice extrusion data for viscoplastic materials. *Chemical Engineering Science*, 2005, vol. 60, pp. 2599 – 2607.
- [103] BENBOW J., BRIDGWATER J. *Paste flow and extrusion*. Oxford : Clarendon Press, 1993, 44 p.
- [104] FEKETE R., ROMAN H.E., MARIAN A.J., et al. Process of extrusion in the unit of special design. *Birmingham : Granular Matter 6*, 2004, pp. 145 – 157.
- [105] VAN DAMME H., MANSOUTRE S., COLOMBET P., et al. Pastes: lubricated and cohesive granular media. *Paris : Comptes Rendus Physique*, 2002, vol. 3, No2, pp. 229 – 238.
- [106] HSIAU S.S., LIAO C.C. Experimental analysis of dynamic properties in wet sheared granular matter. *Powder Technology*, 2010, vol. 197, pp. 222 – 229.
- [107] ALTHAUS T.O., WINDHAB E.J. Extrusion of highly unsaturated wet powders: Stress fields in extruder barrels. *Powder technology*. London : Elsevier, 2011, vol. 211, pp. 10 – 18.
- [108] CHERNOV V., NATAN B. On shear-thinning gel propellants with metal powders, 46th American Institute of Aeronautics and Astronautics 2010. ASME/SAE/ASEE Joint Propulsion Conference & Exhibit, 2010, Nashville, TN, USA, 11 p.
- [109] DOVRAT S., TAMI K., COHEN-ARAZI Y. Particle rounding technology (PRT) for highly energetic PBX. 39th International Annual Conference of ICT, Karlsruhe, Germany, 24 – 27 june 2008.
- [110] MALY R.R., VOGEL M. 17th International Symposium on Combustion, 1978, Pittsburgh. Pittsburgh : The Combustion Institute, 1978, pp. 821 – 831.
- [111] HENSON B.F., ASAY B.W, SMILOWITZ L.B., et al. Ignition chemistry in HMX from thermal explosion to detonation. In : *Shock Compression of Condensed Matter*. American

- Institute of Physics Conference Proceedings. Bethlehem : American Institute of Physics, 2001, vol. 620, pp. 1069 – 1072.
- [112] AIDANPAA J.O., SHEN H.H., GUPTA R.B. Experimental and numerical studies of shear layers in granular shear cell. *Journal of Engineering Mechanics*, 1996, vol.122, pp. 187 – 196 .
- [113] FENISTEIN D., VAN DE MEENT J.W., VAN HECKE M. Universal and wide shear zones in granular bulk flow. *Physical Review Letters*, 2004, vol. 92, 094301, 5 p.
- [114] MASCIA S., PATEL M.J., ROUGH S.L., et al. Liquid phase migration in the extrusion and squeezing of microcrystalline cellulose pastes. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, London : Elsevier, 2006, vol.29, pp. 22 – 34.
- [115] WILSON D.I., ROUGH S.L. Exploiting the curious characteristics of dense solid-liquid pastes. *Chemical Engineering Science*. London : Elsevier, 2006, vol.61, pp. 4147 – 4154.
- [116] PAPON P., LEBLOND J., MEIJER P. *Physique des transitions de phase – Concepts et applications*. Sciences Sup, Paris : Dunod, 2002, 416 p.
- [117] ATKINS P.W. *Eléments de chimie physique*. Boeck Supérieur, 1998, 512 p.
- [118] RIVIERE J., RENOUF M., BERTHIER Y. Anisotropic thermal conductivity modelling by discrete element method. *World Tribology Congress*. Torino, Italy, 8 – 13 September 2013, 4 p.





# LISTE DES FIGURES

Figure I. 1 : schéma de fonctionnement d'un airbag .....	19
Figure I. 2 : toboggan d'évacuation d'urgence .....	20
Figure I. 3 : lancement d'un missile sol-air .....	20
Figure I. 4 : schéma d'un missile tactique .....	21
Figure I. 5 : schéma d'un lanceur spatial, Ariane 5 .....	22
Figure I. 6 : propergol hétérogène, prélevé en cours de fabrication, dans un malaxeur bivis .....	23
Figure I. 7 : particules oxydantes $A_{0+}$ observées par microscopie électronique à balayage .....	27
Figure I. 8 : particules explosives $B_{0+}$ et $B_0$ observées par microscopie électronique à balayage .....	28
Figure I. 9 : particules réductrices $C_0$ observées par microscopie électronique à balayage .....	29
Figure I. 10 : malaxeur vertical .....	30
Figure I. 11 : malaxeur bivis .....	30
Figure I. 12 : schéma des différentes parties d'un malaxeur bivis .....	31
Figure I. 13 : (a) fourreau d'un malaxeur bivis, (b) vue d'un module de fourreau de malaxeur bivis .	32
Figure I. 14 : vis corotatives interpénétrées dans le malaxeur bivis .....	33
Figure I. 15 : (a) vue de profil de deux vis corotatives d'un malaxeur bivis, (b) segment de vis à pas direct à un filet présent dans la zone d'introduction, (c) segment de vis à pas direct à deux filets présent dans une zone de remplissage, (d) segment de vis à pas inverse à deux filets présent dans une zone de remplissage, (e) deux segments de bilobes présents dans une zone de malaxage .....	34
Figure I. 16 : malaxeur bivis ouvert après arrêt du processus de fabrication .....	35
Figure I. 17 : (a) schéma d'un malaxeur bivis et (b) schéma de l'emplacement du capteur acoustique sur le malaxeur bivis .....	36
Figure I. 18 : (a) schéma du malaxeur bivis et de la coupe A-A et (b) schéma des différents emplacements du capteur acoustique sur la circonférence du fourreau .....	37
Figure I. 19 : modélisation de la vitesse d'écoulement du propergol, dans une section de la zone de malaxage d'un malaxeur bivis, en mécanique des fluides .....	38
Figure I. 20 : Organisation en trois couches superposées d'un matériau granulaire cisailé .....	42
Figure I. 21 : (a) concept de triplet tribologique et (b) application du concept de triplet tribologique au malaxeur bivis .....	44

Figure I. 22 : troisième corps observé par microscopie électronique à balayage .....	46
Figure I. 23 : schéma du circuit tribologique théorique (2D) .....	46
Figure I. 24 : schéma du circuit tribologique appliqué au malaxeur bivis (3D) .....	47
Figure I. 25 : représentation des efforts locaux élémentaires appliqués au propergol pendant sa fabrication, dans un entrefer réduit de malaxeur bivis .....	48
Figure II. 1 : schéma du dispositif Julius Peters .....	55
Figure II. 2 : dispositif Julius Peters .....	55
Figure II. 3 : (a) emplacement du disque excentrique sur le dispositif Julius Peters, (b) disque excentrique du dispositif Julius Peters .....	56
Figure II. 4 : (a) calibre de répartition, et (b) échantillons de propergol pour le test ISF normalisé ....	56
Figure II. 5 : plaquette en porcelaine .....	57
Figure II. 6 : images de trois plaquettes en porcelaine obtenues par profilométrie en lumière blanche .....	58
Figure II. 7 : principe de concentration des efforts locaux par défaut de planéité de surface de la plaquette en porcelaine .....	58
Figure II. 8 : absorption de constituants fluides par la plaquette en porcelaine .....	59
Figure II. 9 : pion en porcelaine .....	59
Figure II. 10 : schéma simplifié du dispositif Julius Peters .....	60
Figure II. 11 : disque contacteur ajouté au dispositif .....	61
Figure II. 12 : montage du capteur de force bi-axial sur le dispositif .....	62
Figure II. 13 : (a) camera FLIR SC7500© à enregistrement rapide du rayonnement infrarouge et (b) exemple d'acquisition de la camera FLIR SC7500© .....	62
Figure II. 14 : (a) camera Phantom V710© à enregistrement rapide du rayonnement visible, et (b) exemple d'acquisition de la camera Phantom V710© .....	63
Figure II. 15 : propriétés optiques du miroir dichroïque de CVI Melles Griot .....	64
Figure II. 16 : schéma du dispositif TriboME .....	64
Figure II. 17 : dispositif TriboME et sa chaîne d'acquisition .....	65
Figure II. 18 : premiers corps modèles : (a) pion en acier nitruré $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$ , (b) pion en acier nitruré $R_{a2} = 4 \mu\text{m}$ , (c) plaquette en acier nitruré $R_{a2} = 4 \mu\text{m}$ , (d) plaquette en acier nitruré $R_{a1} = 11 \mu\text{m}$ , (e) pion en alliage cupro-aluminium $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$ , (f) pion en alliage cupro- aluminium $R_{a2} = 4 \mu\text{m}$ , (g) plaquette en alliage cupro-aluminium $R_{a2} = 4 \mu\text{m}$ , (h) plaquette en alliage cupro-aluminium $R_{a1} = 11 \mu\text{m}$ , (i) vue de côté du pion en saphir $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$ , et (j) face optique inférieure du pion en saphir $R_{a3} = 0,4 \mu\text{m}$ .....	67

Figure II. 19 : (a) rayonnement visible du triplet 1 lors de l'initiation du propergol sous conditions tribologiques, et (b) évolution de la température du triplet 1 lors de l'initiation du propergol sous conditions tribologiques .....	72
Figure II. 20 : Estimation de l'échauffement de la trace de frottement, sans propergol, pour le triplet 1 .....	73
Figure II. 21 : évolutions des forces normale et tangentielle, et du facteur de frottement du triplet 1 .	74
Figure II. 22 : rayonnements visible (a) et infrarouge (b) du triplet 2 lors de l'initiation du propergol sous sollicitations tribologiques, (c) évolution de la température lors de l'initiation du propergol sous conditions tribologiques du triplet 2, (d) évolution des forces normale et tangentielle, et du facteur de frottement du triplet 2 .....	77
Figure II. 23 : schémas (a) de la vue de dessus de la surface de contact et (b) du dispositif TriboME avec le triplet 4 .....	78
Figure II. 24 : (a) rayonnements infrarouge et visible de l'initiation du propergol sous sollicitations tribologiques avec le triplet 4, et évolutions de la température de l'aire de contact (b) et du facteur de frottement macroscopique (c) du triplet 4 sous sollicitations tribologiques .....	80
Figure II. 25 : facteurs de frottement macroscopiques (moyen, maximum et minimum), mesurés pour les quatre triplets de matériaux .....	81
Figure II. 26 : (a) rayonnements infrarouge et visible du triplet 4 de l'initiation du propergol sous sollicitations tribologiques et (b) grossissement du champ d'observation du rayonnement infrarouge lors des sollicitations tribologiques du triplet 4 .....	83
Figure II. 27 : comparaison de l'aspect de la trace de contact, avant et après la sollicitation tribologique du propergol : (a) observation avant la sollicitation du propergol, par microscopie électronique, grossissement x200, (b) schéma simplifié du propergol avant la sollicitation tribologique, (c) observation après la sollicitation du propergol, par microscopie électronique, grossissement x200, et (d) schéma simplifié du propergol après la sollicitation tribologique .....	83
Figure II. 28 : représentation de l'ensemble des solutions (en vert) de la combinaison d'une loi de contact non-régulière et d'une loi de frottement de Coulomb .....	86
Figure II. 29 : (a) représentation de l'interaction entre deux particules, avec $\gamma$ , la valeur seuil de la force de cohésion existant entre les deux particules, $r_n$ et $r_t$ , les composantes tangentielle et normal de l'effort de contact entre les deux particules, $g$ , la distance entre les deux particules, $d_w$ , la distance maximale d'attraction entre les deux particules, et (b) courbe d'évolution de la force normale existant entre deux particules, en fonction de la distance $g$ , existant entre ces deux particules .....	88
Figure II. 30 : schéma représentant les particules de troisième corps sollicitées par les parois des premiers corps .....	89

Figure II. 31 : étapes initiale (a), de compression (b) et de cisaillement (c) des sollicitations tribologiques appliquées aux particules de troisième corps par approche numérique .....	92
Figure II. 32 : schéma des efforts subits par une particule i, de ses voisines j .....	93
Figure II. 33 : efforts locaux subis par les particules de troisième corps lors de l'étape de compression .....	93
Figure II. 34 : efforts appliqués par cisaillement aux particules de troisième corps avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement et de cohésion ( $\mu = 0,5$ et $\gamma = 0,5$ ) .....	94
Figure II. 35 : évolution de la distribution des particules de plus grand diamètres pendant le cisaillement du troisième corps .....	95
Figure II. 36 : (a) organisation en couches superposées du troisième corps: Seg <sub>S/S</sub> , (b) zoom sur l'épaisseur de troisième corps : observation d'agrégations de particules de grand diamètre dans la couche médiane .....	96
Figure II. 37 : observation de porosités fermées dans l'épaisseur de troisième corps pour des coefficients de frottement locaux et une cohésion inter-particulaire moyens ( $\mu = 0,5$ et $\gamma = 0,5$ ) .....	97
Figure II. 38 : efforts locaux appliqués par cisaillement des particules de troisième corps, avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement locaux et des valeurs élevées de cohésion ( $\mu = 0,5$ et $\gamma = 0,9$ ) .....	99
Figure II. 39 : présence de porosités ouvertes et fermées dans l'épaisseur de propergol pour le cisaillement avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement locaux et des valeurs élevées de cohésion inter-particulaire ( $\mu = 0,5$ et $\gamma = 0,9$ ) .....	95
Figure II. 40 : efforts locaux appliqués par cisaillement des particules de troisième corps, avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement locaux et de faibles valeurs de cohésion inter-particulaire ( $\mu = 0,5$ et $\gamma = 0,01$ ) .....	99
Figure II. 41 : présence de porosités ouvertes et fermées dans l'épaisseur de propergol pour le cisaillement avec des valeurs moyennes de coefficients de frottement locaux et des valeurs faibles de cohésion inter-particulaire ( $\mu = 0,5$ et $\gamma = 0,01$ ) .....	100
Figure II. 42 : efforts locaux appliqués par cisaillement des particules de troisième corps, avec des valeurs élevées de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion ( $\mu = 0,9$ et $\gamma = 0,5$ ) .....	101
Figure II. 43 : observation à plus fort grossissement de l'épaisseur de propergol au voisinage de deux particules fortement sollicitées, avec des valeurs élevées de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion inter-particulaire ( $\mu = 0,9$ et $\gamma = 0,5$ ) .....	102
Figure II. 44 : observation à plus fort grossissement de l'épaisseur de propergol au voisinage d'une porosité fermée, avec des valeurs élevées de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion inter-particulaire ( $\mu = 0,9$ et $\gamma = 0,5$ ) .....	103

Figure II. 45 : efforts locaux appliqués par cisaillement des particules de troisième corps, avec de faibles valeurs de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion ( $\mu = 0,1$ et $\gamma = 0,5$ ) .....	103
Figure II. 46 : observation à plus fort grossissement de l'épaisseur de propergol au voisinage d'une porosité fermée, avec de faibles valeurs de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion ( $\mu = 0,1$ et $\gamma = 0,5$ ) .....	104
Figure II. 47 : observation à plus fort grossissement de l'épaisseur de propergol au voisinage d'une porosité fermée, avec de faibles valeurs de coefficients de frottement locaux et des valeurs moyennes de cohésion ( $\mu = 0,1$ et $\gamma = 0,5$ ) .....	105
Figure III. 1 : (a) observations optiques de l'aire de contact après sollicitations tribologiques du propergol, (b) évolution du facteur de frottement macroscopique pendant les sollicitations tribologiques, (c) observations thermiques dans l'aire de contact pendant les sollicitations tribologiques .....	110
Figure III. 2 : (a) cartographie EDX, en vue du dessus, de la section 1, (b) schéma de la vue arrière du propergol dans la section 1 .....	112
Figure III. 3 : observations au MEB de la Section 2, en mode SE : (a) observation globale de la section 2 et (b) zoom sur une zone « lisse » de la section 2 .....	113
Figure III. 4 : observation d'une couche très compacte présentant des fissures dans la sections 2 de l'aire de contact .....	114
Figure III. 5 : observation d'une zone ayant subi une initiation dans les sections 2 et 4 de l'aire de contact .....	115
Figure III. 6 : observation d'une fissure dans l'aire de contact .....	116
Figure III. 7 : observation d'une fissure de surface de propergol (a) coalescence de fissures, (b) fissure de surface observée au MEB, en mode SE (c) fissure de surface observée par EDX, (d) schéma de profil de l'épaisseur du propergol, organisé en couches superposées .....	118
Figure III. 8 : (a) section 3 de l'aire de contact, 5 jours après les sollicitations tribologiques du propergol (MEB en mode SE), (b) zoom sur une zone du film fluide (MEB en mode SE), et (c) zoom sur une zone du film fluide (Analyse EDX) .....	122
Figure III. 9 : (a) section 3 de l'aire de contact, 5 jours après les sollicitations tribologiques du propergol (vue en mode SE), (b) zoom sur un cristal de constituants oxydants (vue en mode SE), (c) zoom sur un cristal de constituants oxydants (vue en analyse EDX), (d) schéma des écoulements internes intervenant dans la section 3 .....	122
Figure III. 10 : courbes d'évolution des débits de constituants du propergol menant à son initiation sous conditions tribologiques .....	124
Figure III. 11 : courbes d'évolution des débits internes de constituants solides, dans les couches	

superposées du propergol, menant à son initiation sous conditions tribologiques .....	125
Figure III. 12 : organisation en trois couches superposées, débits internes et sites préférentiels de présence des constituants, dans l'épaisseur du propergol, sous sollicitations tribologiques .....	127
Figure III.13 : circuit tribologique d'initiation généralisée du propergol pour 70 ms de sollicitations tribologiques sur le dispositif TriboME .....	128
Figure IV. 1 : schéma du circuit tribologique longitudinal appliqué à un contact (n) d'un profil de vis à pas direct, dans un malaxeur bivis .....	135
Figure IV. 2 : schéma du circuit tribologique latéral appliqué à un contact (n) dans un malaxeur bivis .....	135
Figure IV. 1 : schéma du circuit tribologique longitudinal appliqué à un contact (n) d'un profil de vis à pas inverse, dans un malaxeur bivis .....	136
Figure IV. 4 : quatre solutions permettant d'améliorer la sécurité de fabrication du propergol dans un malaxeur bivis .....	138

# LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : propriétés mécaniques des matériaux constitutifs des premiers corps .....	66
Tableau 2 : synthèse des conditions de contact pour les différents triplets de matériaux .....	70





# ANNEXES



## **Annexe 1 : norme française NF T 70-503**



AFNOR. Matériaux énergétiques de défense - Sécurité, vulnérabilité - Sensibilité au frottement - Épreuve à l'appareil BAM. NF T 70-503. Paris : AFNOR, 2007, 14 p.

## **Annexe 2 : Fiche technique du matériau porcelaine**





CERADEL. PC189B Pâte KPCL par CERADEL. Fiche technique. CERADEL, sd, 1 p.

## **Annexe 3 : Fiche technique du capteur de force biaxial**



Kistler. Capteur de force à 3 composantes Fx, Fy, Fz. Switzerland : Kistler Instrumente AG  
Winterthur

## **Annexe 4 : Fiche technique du miroir dichroïque**



# Dichroic Beamsplitters

## Application Notes

### 1. Configurations and Terminology

Dichroic beamsplitters are used to combine or separate beams of two different wavelengths. An **LWP** long wave pass dichroic beamsplitter always transmits the longer wavelength and reflects the shorter wavelength. An **SWP** short wave pass dichroic beamsplitter transmits the shorter wavelength and reflects the longer wavelength.

Dichroic beamsplitters are also frequently used at normal, or near normal incidence. One very common application is in laser pumping. Usually, the pumping wavelength  $\lambda_p$  is shorter than the lasing wavelength  $\lambda_L$ . Therefore, an **SWP** short wave pass dichroic beamsplitter is used to admit the pump beam into the laser cavity with high efficiency. Often, the **SWP** is curved since it is part of the laser resonator. Two examples are shown in Figures 3 and 4.

### 2. Bandwidth Considerations

The region of high reflectivity and low transmission of a dichroic beamsplitter is called the stop band. The region of high transmission is called the pass band. The region between these bands is called the transition region. The stop band and pass band of a 0° dichroic beamsplitter are labeled in Figure 5.

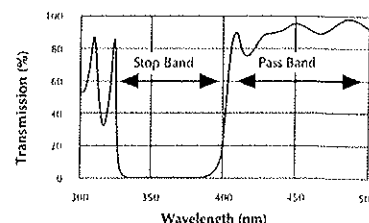


Figure 5. The stop band and pass band of an LWP dichroic beamsplitter for use at normal incidence.

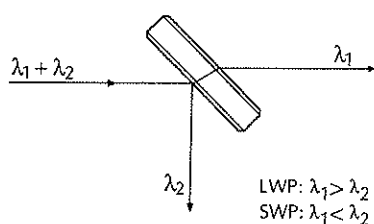


Figure 1. Dichroic beamsplitter used as a beam separator. A beam with two wavelengths  $\lambda_1$  and  $\lambda_2$  is divided into separate, monochromatic beams. Generally  $\lambda_1$  and  $\lambda_2$  represent wavelength ranges. The user should be aware that it is easier to reflect with high efficiency.

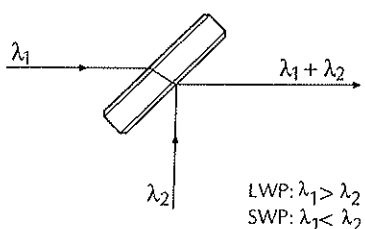


Figure 2. Dichroic beamsplitter used as a beam combiner. This configuration is very common in nonlinear wave mixing and laser pumping experiments.

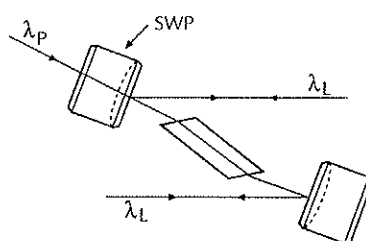


Figure 3. Curved SWP dichroic beamsplitter used as a cavity mirror. Pump light  $\lambda_p$  passes through the SWP mirror, pumping the laser rod.  $\lambda_L$  represents the circulating intracavity laser power. A near-normal folded cavity design is used.

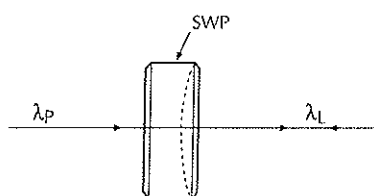


Figure 4. Direct axial pumping using curved SWP dichroic beamsplitter as an end mirror.

The bandwidth of the stop band is similar to that of a laser mirror. For the **SWP** and **LWP** Series Dichroic Beamsplitters, the approximate bandwidths can be found by consulting the tables for the **TLM1** Narrowband Laser Mirrors.

Note that the transition region cannot be made infinitely sharp, and that there is some "ringing" in the pass band. Because of this, there may be a trade off between the reflectivity and transmission specifications possible when specifying a dichroic beamsplitter. Your CVI technical sales representative will be happy to assist you in determining an optimum design for your experiment.

## 3. Polarization Considerations

Below are graphs of transmission vs. wavelength for **SWP** and **LWP** dichroic beamsplitters at 45°.

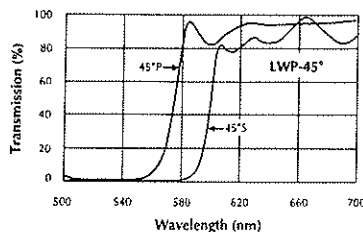


Figure 6. LWP dichroic beamsplitter with transition region near 580nm.

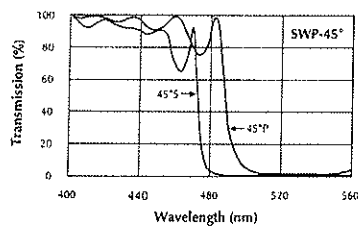


Figure 7. SWP dichroic beamsplitter with transition region near 480nm.

In each case, the region of high reflectivity for S polarized light is appreciably broader than for P polarized light. There is also generally more passband "ringing" for S polarized light at 45°, resulting in reduced average transmission for this polarization.

## 4. Suggestions When Specifying Dichroic Beamsplitters

The following is a general rule to be followed when combining or separating polarized laser beams at 45° incidence angle. Use of this rule becomes increasingly important as the reflected and transmitted wavelength bands move closer together spectrally.

### Polarization Rule For 45° Beamsplitters

- Best: Reflect 45°S Transmit 45°P
- 2nd Best: Reflect 45°P Transmit 45°P
- 3rd Best: Reflect 45°S Transmit 45°S
- Avoid: Reflect 45°P Transmit 45°S

The first choice maximizes both transmission and reflectance bandwidth while the second choice maximizes transmission bandwidth. The third choice maximizes reflection bandwidth and the fourth choice should be avoided unless the two wavelength bands in question are far enough apart.

The next rule concerns efficiency. Sometimes, it is most important to capture every available photon at one wavelength. An example is the common situation of preserving all the energy in a harmonic beam that is buried in a powerful beam at a longer wavelength. A contrasting situation occurs when it is more important to eliminate as many photons as possible

at an interfering wavelength, even at the expense of losing some of the photons at the desired wavelength. This situation occurs when your signal is "large", but the obscuring beam is very powerful. The following rule, which handles both cases, follows from the fact that it is easy to make a dichroic beamsplitter with  $R > 99.5\%$ , but it is often hard to guarantee  $T > 90\%$ :

### Efficiency Rules For Dichroic Beam Separation

When Absolute Efficiency at One Wavelength is Most Important, Reflect that Wavelength and Transmit the Other.

When Spectral Purity at One Wavelength is Most Important, Transmit that Wavelength and Reflect the Other.

Finally, a general rule is:

**For Best Overall Transmission, prefer An LWP Over An SWP Dichroic Beamsplitter.**

The origin of this rule pertains to there being generally less pass band "ringing" and problems with harmonic effects with **LWP** dichroic beamsplitters.

Your CVI technical sales representative will be happy to assist you in specifying dichroic beamsplitters. CVI stocks a wide selection of these beamsplitters based on an analysis of repeatedly requested specifications.



## **Annexe 5 : Fiche technique du pion en saphir**



# Properties of Single Crystal Sapphire

## Chemical Properties

Extremely high chemical stability in many acid environments even at high temperatures.

**Chemical formula:**

99,997 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

## Physical Properties

Anisotropy, properties largely dependent on crystallographic orientation.  
High mechanical strength for high-pressure and shock-loading applications.  
Excellent rain erosion resistance and low frictional coefficient.

**Crystal structure:**

rhombohedral type single crystal,  $a = 4,758 \text{ \AA}$ ;  $c = 12,991 \text{ \AA}$   
3,98g/cm<sup>3</sup> ; 20 °C

**Density:**

**Hardness:**

Mohs 9 (Knoop 2200, Flat// to C-axis; 1900 Flat  $\perp$  to C-axis)

**Tensile strength:**

0,4 GPa at 25 °C; 0,35 GPa at 1000 °C

**Compressive strength:**

2,1 GPa at 25 °C

**Flexural strength:**

0,6 GPa at 25 °C

**Young's modulus:**

350 GPa at 25 °C

**Compressive modulus:**

380 GPa at 25 °C

**Flexural modulus:**

360 GPa at 25 °C

**Rigidity modulus:**

150 GPa at 25 °C

**Bulk modulus:**

240 GPa at 25 °C

**Poisson's ratio:**

0,29

**Frictional coefficient:**

Sapphire – Steel: 0,15; Sapphire - Sapphire: 0,1

## Thermal Properties

High thermal conductivity, particularly at cryogenic temperatures, thermal shock resistance.

**Melting point:**

2053 °C

**Application temperature:**

2000 °C

**Thermal expansion:**

$6,2 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  (20- 50 °C), // to C-axis;  $5,4 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  (50°C),  $\perp$  to C

**Heat capacity:**

18,6 cal/(Mol • °C), (25°C); 30 cal/(Mol • °C), (1000°C)

**Thermal conductivity:**

40 W/m°K (25°C); 12 W/m°K (400 °C); 4 W/m°K (1200 °C)  
(phenomenal 10 000 W/m°K at -200°C)

**Specific heat:**

0,1 cal g<sup>-1</sup> °C<sup>-1</sup> (25 °C)

## Optical Properties

High transparency from the ultraviolet (~0,2µm) through the visible, near infrared (6.5 µm) and again from about 50 microns out through the microwave spectrum.

**Fraction:**

1,8 (@ 0,3µ), 1,6 (@5µ)

**Optical transmission:**

0,17- 6µm

**Reflection loss:**

12% (1µ, by 2 surfaces)

## Electrical Properties

High electrical resistivity, dielectric constant and strength.

**Electrical resistivity:**

$10^{16} \text{ Ohm} \cdot \text{cm}$  (20°C);  $10^{11} \text{ Ohm} \cdot \text{cm}$  (500°C)

**Dielectric constant:**

11,6 // to C-axis; 9,4  $\perp$  to C-axis, at 25°C, ( $10^3$ -  $10^{10}$  Hz)

**Dielectric strength:**

480 kV cm<sup>-1</sup> (60 Hz)

**Dielectric dissipation:**

0,00006 // to C-axis; 0,00003  $\perp$  to C-axis (10 GHz)